



**VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ**

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

**FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ**

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

**ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ**

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

**STRUKTURA A MECHANICKÉ VLASTNOSTI MATERIÁLŮ  
NA BÁZI HOŘČÍKU ZPRACOVANÝCH METODOU HPT**

STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF MAGNESIUM MATERIALS PROCESSED BY HPT

**DIPLOMOVÁ PRÁCE**

MASTER'S THESIS

**AUTOR PRÁCE**

AUTHOR

**Bc. Jakub Poloprudský**

**VEDOUCÍ PRÁCE**

SUPERVISOR

**Ing. Pavel Doležal, Ph.D.**

**BRNO 2019**



# Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství  
Student: **Bc. Jakub Poloprudský**  
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství  
Studijní obor: Materiálové inženýrství  
Vedoucí práce: **Ing. Pavel Doležal, Ph.D.**  
Akademický rok: 2018/19

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

## **Struktura a mechanické vlastnosti materiálů na bázi hořčíku zpracovaných metodou HPT**

### **Stručná charakteristika problematiky úkolu:**

Podstatou práce je návrh a zpracování materiálů na bázi hořčíku metodou HPT (High Pressure Torsion). Práce bude zaměřena na posouzení vlivu parametrů zpracování metodou HPT na strukturně mechanické charakteristiky hořčíkových materiálů.

### **Cíle diplomové práce:**

Cílem práce je zpracování materiálů na bázi hořčíku metodou HPT, posouzení vlivu metody a jednotlivých parametrů zpracování na dosaženou strukturu a mechanické vlastnosti.

### **Seznam doporučené literatury:**

AVEDESIAN, Michael and Hugh BAKER. ASM Speciality Handbook – Magnesium and magnesium alloys. Ohio, USA: ASM International, 1999. 314s. ISBN 0871706571.

GUPTA, Manoj and Nai Mui Ling SHARON. Magnesium, magnesium alloys, and magnesium composites: a guide. New York: John Wiley, 2011.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2018/19

V Brně, dne

L. S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
ředitel ústavu

---

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.  
děkan fakulty

## ABSTRAKT

Práce je zaměřena na zpracování čistého hořčíku metodou torze za vysokého tlaku (HPT). Tato metoda patří do skupiny metod intenzivní plastické deformace (SPD). Metody SPD jsou několik posledních desetiletí ve středu vědeckého zájmu. V teoretické části je snaha shrnout základní poznatky a principy metod SPD, a zejména metody HPT. Pokračování teoretické části nám představuje hořčík jako technický materiál a jaký vliv na jeho použití a vlastnosti by SPD metody mohly nabídnout. Tento trend je dále rozvinut ve snaze popsat vliv jednotlivých proměnných procesu HPT na vlastnosti čistého hořčíku a jeho slitin. V praktické části se klade důraz zejména na vliv počtu otáček procesu HPT. Vzorky byly zpracované 1/8, 1/4, 1/2, 1, 4 a 8 otáčkami při pokojové teplotě, rychlostí jedné otáčky za minutu, za současného působení tlaku 6GPa. Pozorována byla struktura a mechanické vlastnosti komerčně čistého hořčíku připraveného odléváním a tvářením, se zaměřením na rozdíly vyvolané vstupním materiálem. Struktura byla pozorována jak světelnou mikroskopií, tak metodou difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD), se zaměřením na vývoj struktury, orientaci a velikost zrn. Oproti jiným pracím na podobné téma se zde klade důraz na pozorování průběhu mikrotvrdosti na axiální hraně vzorku. Výsledky měření tvrdosti ukazují prudký nárůst pevnosti již po 1/8 otáčky a postupné snižování rozptylu hodnot mikrotvrdosti, doprovázené nepatrným poklesem mikrotvrdosti s přibývajícím počtem otáček. Žádný předpokládaný trend ve vývoji mikrotvrdosti vzhledem ke vzdálenosti od kovadliny se neprojevil. Struktura pozorovaná pomocí EBSD vykazovala bimodální charakter, kdy větší zrna byla orientována ve stejném směru. Pro prvotní posouzení základních mechanických charakteristik materiálu byla navržena zkouška pomocí tříbodového ohybu.

## KLÍČOVÁ SLOVA

Hořčík, intenzivní plastická deformace, SPD, torze za vysokého tlaku, HPT, biodegradabilní, mikrotvrdost, mikrostruktura, EBSD, bimodální struktura.

## **ABSTRACT**

This thesis is focused on processing of pure magnesium by high pressure torsion method (HPT). This process belongs to the group of intensive plastic deformation methods (SPD). SPD methods are in the centre of scientific interest for several decades. Theoretical part of this thesis puts an effort to summarize basic knowledge and principles of SPD methods with extra focus on method HPT. As theoretical part continues magnesium as technical material is presented. Influence of SPD on use and properties of pure magnesium is then presented. This trend is further developed in effort to describe the effect of individual HPT process variables on the properties of pure magnesium and its alloys. Focus of practical part of this thesis is in influence of number of revolutions. Samples were processed at 1/8, 1/4, 1/2, 1, 4 and 8 turns at room temperature. Speed of process was 1rpm and applied pressure was 6 GPa. The structure of commercially pure magnesium prepared by casting and moulding were observed with focus on differences caused by input material. The structure was observed by both light microscopy and back scattered electron diffraction (EBSD), focusing on structure development, grain size and grain orientation. Compared to other works on similar topic, the emphasis here is on observing the microhardness on the vertical edge of the sample. The hardness shows a steep increase right after 1/8 of a turn. With increasing number of turns gradual homogenization of microhardness is presented accompanied by slight decrease in microhardness. No trend in microhardness relative to the distance from anvil has occurred. Structure observed with EBSD shows a bimodal character with larger grains oriented in the same direction. The three-point bending test didn't end up as expected, and the approach to evaluation of magnesium-based HPT needs to be re-evaluated for future work. A three-point bending test was designed for the initial assessment of the basic mechanical properties of the material.

## **KEYWORDS**

Magnesium, severe plastic deformation, SPD, high pressure torsion, HPT, biodegradable, microhardness, microstructure, EBSD, bimodal structure.

## CITACE

POLOPRUDSKÝ, Jakub. *Struktura a mechanické vlastnosti materiálů na bázi hořčíku zpracovaných metodou HPT*. Brno, 2019. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/117618>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Pavel Doležal.

## PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma *Struktura a mechanické vlastnosti materiálů na bázi hořčíku zpracovaných metodou HPT* vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce s použitím zdrojů citovaných v seznamu použité literatury.

V Brně dne 24.5.2019

Jakub Poloprudský

.....



## **Poděkování**

Tímto děkuji svému vedoucímu za cenné rady a konzultace. Dále bych rád poděkoval Ing. Romanovi Štěpánkovi Ph.D. za rady v oblasti metalografických výbrusů, a Mgr. Janovi Čuperovi za vytrvalou práci na elektronovém mikroskopu.



## Obsah

1.	Úvod .....	8
2.	Materiály na bázi hořčíku .....	9
2.1.	Vlastnosti čistého hořčíku .....	9
2.2.	Úvod do struktury čistého hořčíku .....	10
2.3.	Přehled užití hořčíku v technice .....	12
2.4.	Legující prvky materiálů na bázi hořčíku .....	13
2.5.	Koroze Mg a biomateriály na bázi Mg .....	14
2.6.	Úvod do biomateriálů na bázi hořčíku .....	15
2.7.	Prášková metalurgie materiálů na bázi hořčíku .....	15
2.8.	SPS (Spark Plasma Sintering) .....	20
3.	Metody SPD (Severe Plastic Deformation) .....	21
3.1.	Úvod a definice SPD .....	21
3.2.	Metody SPD .....	25
3.3.	Obecný popis metody HPT .....	28
3.4.	Řízené parametry metody HPT .....	31
3.5.	Zkoumání vlivu metody HPT na vzorek .....	33
4.	Vliv metody HPT na materiály na bázi hořčíku .....	34
4.1.	Vliv počtu otáček procesu HPT na vývoj struktury a vlastností .....	34
4.2.	Vliv teploty procesu HPT na materiál na bázi hořčíku .....	43
4.3.	Vliv rychlosti otáček .....	47
4.4.	Vliv procesu HPT na rychlost koroze hořčíku .....	48
5.	Praktická část .....	50
5.1.	Metodika a použité experimentální zařízení .....	50
5.2.	Základní materiál .....	52
5.3.	Návrh experimentu .....	54
5.4.	Strukturní rozbor .....	55
5.5.	Rozbor mechanických vlastností .....	61
6.	Diskuze .....	67
7.	Závěr .....	71
8.	Seznam použitých zkratk .....	72
9.	Seznam použité literatury .....	73
10.	Seznam Příloh .....	77

## 1. Úvod

Slitiny hořčíku se v posledních desetiletích dočkaly značného rozvoje. Za tento rozvoj může zejména dopravní průmysl, kde snaha minimalizovat provozní náklady a emise vede k požadavkům na snižování váhy konstrukčních materiálů. Z tohoto důvodu vzrostl zájem o slitiny hořčíku, jež vynikají zejména nízkou měrnou hmotností a skvělou specifickou pevností. Slitiny na bázi hořčíku ovšem sebou nesou i jisté specifické problémy, dané zejména strukturou hořčíku a jeho chemickou reaktivitou. Problémy spojené se zmiňovanou strukturou, souvisí s hexagonální mřížkou, v níž hořčík krystalizuje. Vlivem své krystalické mřížky vykazuje za nízkých a pokojových teplot jen omezenou plasticitu a tvárným se stává až za vyšších teplot kdy dochází k aktivaci více skluzových systémů.

Druhým již naznačovaným problémem je silná reaktivita hořčíku. Elektronová konfigurace valenční vrstvy hořčíku je  $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2$ . Má tedy 2 valenční elektrony, které snadno předá jinému atomu za vzniku dvojmocného kationtu. Dívat se na vysokou reaktivitu hořčíku vzhledem k jiným prvkům pouze jako na mínus by ovšem bylo krátkozraké. Moderní zdravotnictví dalo vzniknout aplikacím při kterých by se materiál s rychlou, ale koordinovanou degradací mohl ukázat jako nenahraditelný. Implantáty, jež by se samovolně rozpustily v lidském těle předem určenou rychlostí, by mohly zkrátit rehabilitační dobu zraněného a odstranit potřebu opětovné operace. Hořčík navíc při svém rozpouštění neprodukuje žádný nebezpečný prvek nadměrnou rychlostí. První implantáty vyrobené z čistého hořčíku se nesetkali s přílišným úspěchem zejména v důsledku rychlé a lokalizované koroze. Toto bylo při prvotním zkoumání způsobeno zejména špatnou čistotou hořčíku použitého při testech či neúplnému porozumění probíhajících mechanismů koroze [1].

Procesy intenzivní plastické deformace (SPD) jejichž část je nastíněna v této práci svou podstatou snižují velikost zrna ve zpracovávaném materiálu, čímž pozitivně ovlivňují velkou část mechanických vlastností. Navíc bylo pozorováno, že tyto mají i vliv na rychlost koroze. Při správném porozumění parametrů procesu HPT na korozní kinetiku by v budoucnu bylo možné navrhovat biodegradabilní materiály na míru [2].

## 2. Materiály na bázi hořčíku

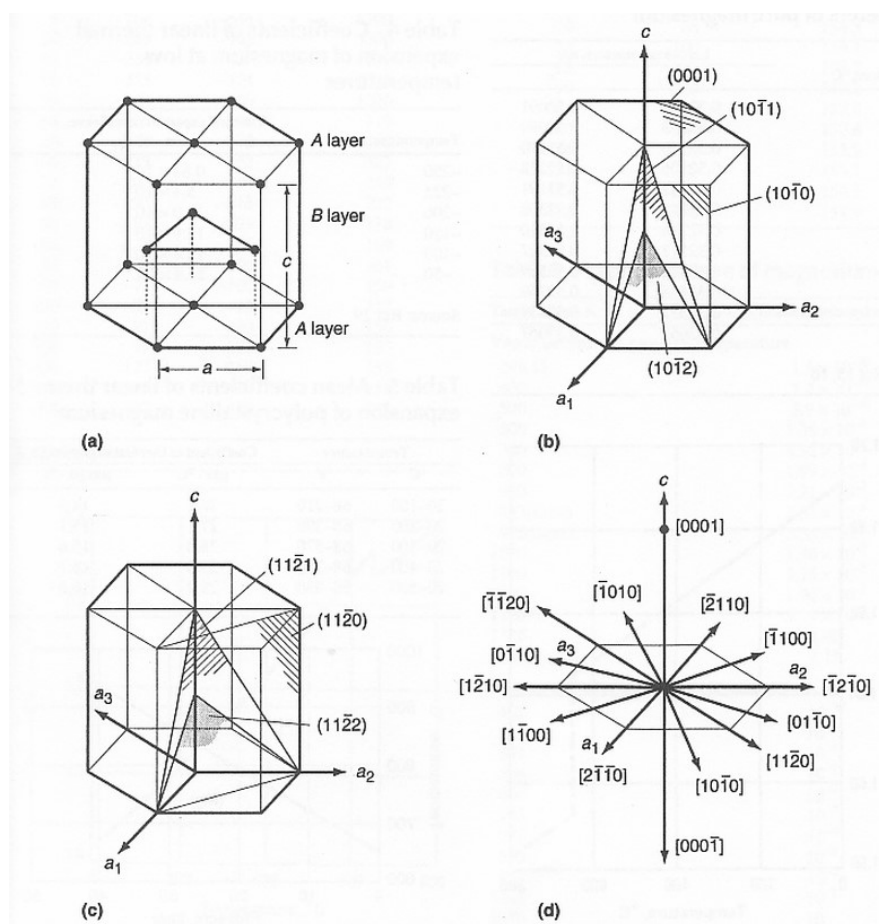
### 2.1. Vlastnosti čistého hořčíku

Hořčík je stříbrolesklý kov krystalizující za atmosférického tlaku při teplotě 650 °C v šesterečné těsně uspořádané mřížce (HCP). V technické sféře vyniká hořčík mezi ostatními kovovými prvky zejména svou vysokou reaktivitou a svou nízkou měrnou hmotností 1,74 g/cm<sup>3</sup>. Tato měrná hmotnost je zhruba o 40% menší než měrná hmotnost hliníku. Youngův modul čistého hořčíku dosahuje 45GPa, při opětovném porovnání s hliníkem se jedná zhruba o 65 % Youngova modulu čistého hliníku. Hodnoty meze pevnosti v tahu se u čistého hořčíku vzhledem ke stavu zpracování pohybují mezi hodnotami cca 90MPa u odlitého hořčíku až po 220MPa u válcovaného hořčíku. Tyto hodnoty hořčík předurčují k použití pro lehké konstrukční prvky nebýt jeho již zmíněné vysoké reaktivity. Zejména vysoká afinita hořčíku ke kyslíku vede v atmosférických podmínkách k řadě korozních procesů. Korozní citlivost technicky čistého hořčíku je možné omezit snížením stopového množství mědi, železa, manganu a niklu přítomných v technicky čistém hořčíku na hodnoty ppm [3]. Dále musíme při užití tohoto kovu mít na paměti směrovou závislost mechanických vlastností vzhledem ke směru v materiálu, která nastává například po protlačování a dalších tvářecích metodách či jiném usměrnění orientace zrn. Daná rozdílnost mechanických vlastností vzhledem ke směru je dána krystalickou mřížkou hořčíku. Pokud by směrovost mechanických vlastností chtěla být kvantifikována jako poměr mechanických vlastností, zejména pevností v tahu, vzhledem k orientaci zrn, dosahují hořčíkové slitiny hodnot 0,6 až 0,7. Tyto koeficienty udávají pevnost hořčíku s protaženými zrny, například po protahování v závislosti na směru zatěžování. Další vlastností spojenou s krystalickou mřížkou hořčíku je omezený počet skluzových systémů za pokojové teploty. Kovy s HCP mřížkou mají za pokojové teploty možnost skluzu dislokací jen v bázové rovině mřížky (0001). Omezená možnost skluzu dislokací vede k omezení plastické deformace, a hořčík za nízkých teplot proto vykazuje křehké chování, což vede k náročnému až nemožnému tváření za normálních teplot. Teploty nad 200 °C umožňují aktivaci dalších skluzových systémů a také deformaci vlivem dvojčatění, z tohoto důvodu lze hořčíkové slitiny tvářet za zvýšených teplot. Pro některé hořčíkové slitiny je navíc přechod z křehkého do tvárného stavu patrný při velmi malém rozdílu teplot. Například slitina MgAl6Zn vykazuje křehké chování při teplotě 208 °C, a při zatížení tlakem se vytváří trhлина přes celý vzorek pod úhlem 45°. Zatímco po zvednutí teploty o pouhých 12 °C stupňů na 220 °C, již vykazuje velmi dobrou tvářitelnost spojenou s rychlým nárůstem plasticity daného materiálu. Tento krátký teplotní interval, jenž vede k intenzivní změně plastických vlastností u hořčíkových slitin, je také předmětem zájmu u hořčíkových slitin. Mezi další vlastnosti, jež činí hořčík zajímavým pro průmyslové užití, jsou jeho výborná slévatelnost, jeho schopnost měnit vibrace na tepelnou energii, tepelná vodivost, nízká teplotní kapacita, záporný elektrický potenciál a inertnost k magnetickému poli. Z ekologického hlediska je pak zapotřebí vzít v potaz výbornou recyklovatelnost, biokompabilitu a netoxičnost hořčíku jak pro člověka, tak i pro životní prostředí [3;4].

## 2.2. Úvod do struktury čistého hořčíku

Pro porozumění následujícím článkům této práce, u kterých hraje struktura hořčíku velmi důležitou roli, neboť je důvodem rozdílného chování oproti jiným kovovým materiálům, zahrnuji do diplomové práce odstavce týkající se krystalické struktury hořčíku. Hořčík za atmosférického tlaku krystalizuje v šesterečné těsně uspořádané mřížce. Rozmístění atomů a základní směry v této mřížce můžeme vidět na obr. 2-1. Na schématu a) vidíme HCP strukturu s vyznačenými vrstvami A, B, jež se kontinuálně střídají v materiálovém zrně. Dále vidíme vyznačené mřížkové parametry definující HCP strukturu „a“ a „c“. U hořčíku dosahují za pokojové teploty 25 °C tyto parametry hodnot  $a=0,32092\text{nm}$  a  $c=0,522105\text{nm}$ . Při dokonalém střídání ABAB vrstev za představy že atom je hmotné nedeformovatelné kulové těleso by byl takzvaný ideální poměr  $a/c=1,633$  u nejtěsněji uspořádané struktury. Pokud vezmeme skutečné mřížkové parametry naměřené u hořčíku  $a/c=0,32092/0,522105$ , zjistíme, že poměr u hořčíku je 1,6236 což nám ukazuje, že hořčík není teoreticky dokonale těsně uspořádaný, ale velmi se tomuto stavu blíží. Na obr. 2-1 jsou zakresleny významné skluzové roviny a směry. U HCP mřížky je za pokojové teploty počet aktivních skluzových systémů značně omezen.

Základní skluzový systém za pokojové teploty probíhá v rovině (0001) v nejvíce obsazených směrech  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Druhý skluzový systém vyskytující se za pokojových teplot se vyskytuje v rovinách  $\{10\bar{1}0\}$  ve směrech  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Při zvýšených teplotách se již může objevit skluz v pyramidálních rovinách  $\{10\bar{1}1\}$  ve směrech  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Přehledný výpis těchto systémů můžeme vidět v tab. 2-1. Dvojčatění u hořčíku může vlivem mřížky proběhnout za pokojových teplot v rovině  $\{10\bar{1}2\}$  či v rovině  $\{30\bar{3}4\}$ . Zvýšením teploty se aktivuje systém dvojčatění v rovině  $\{10\bar{1}3\}$ . Praskliny v čistém hořčíku vznikají krystalograficky nejčastěji spojením trhlin uvnitř zrn, jež vznikly v rovině  $\{30\bar{3}4\}$  či v rovinách vyššího řádu jejichž příkladem mohou být roviny  $\{10\bar{1}4\}$  či  $\{10\bar{1}5\}$  a  $\{11\bar{2}4\}$ . Při zvýšených teplotách se stává častější vznik trhliny vlivem pochodů na hranicích zrn [5].



Obr. 2-1 Zobrazení HCP mřížky s vyznačeními významnými směry a rovinami [5]

Tab. 2-1 Skluzové systémy možné v hořčíku [6]

Burgersův vektor	Skluzová rovina	Směr skluzu	Počet skluzových systémů	
			Celkové	Nezávislé
$\langle a \rangle$	bazální (0001)	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3	2
$\langle a \rangle$	prizmatická $\{10\bar{1}0\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3	2
$\langle c \rangle$	prizmatická $\{10\bar{1}0\}$	$\langle 0001 \rangle$	3	2
$\langle c \rangle$	prizmatická $\{11\bar{2}0\}$	$\langle 0001 \rangle$	3	2
$\langle a \rangle$	pyramidální $\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	6	4
$\langle c+a \rangle$	pyramidální $\{11\bar{2}2\}$	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	6	5

### 2.3. Přehled užití hořčíku v technice

Hořčík patří mezi nejrozšířenější prvky na Zemi. Zemská kůra obsahuje přibližně 2,7 % hořčíku, kde tvoří minerály magnezit a dolomit. Dále je silně zastoupen v mořské vodě, z tohoto důvodu můžeme jeho zásoby považovat za téměř nevyčerpatelné. Hořčík byl jakožto nový kovový prvek poprvé zpozorován až v roce 1808 a následně izolován v čisté formě při reakci chloridu hořečnatého s kovovým draslíkem. První příprava elektrolytickou reakcí chloridu byla uskutečněna v roce 1833 Michaelem Faradayem. V dnešní době se pro přípravu čistého hořčíku používají dva základní procesy. První z nich je elektrolýza chloridu hořečnatého, tedy  $MgCl_2$ , získaného z magnezitu či mořské vody. Tento proces je použit pro 80 % vzniklého komerčně užívaného hořčíku. Druhým procesem je tepelná redukce oxidu hořečnatého.

Hořčík má mnoho použití v chemickém, elektrochemickém i metalurgickém průmyslu a při výrobě materiálů na bázi hořčíku. Nejrozšířenější použití hořčíku je dopování hliníkových slitin, u kterých zvyšuje pevnost a korozní odolnost. Významným metalurgickým procesem, u kterého je hořčík používán je výroba litiny s lupínkovým grafitem, kde hořčík slouží ke sferoidizaci, tedy zakulacení, grafitových zárodků, a zároveň snižuje obsah síry v tavenině, čehož se využívá i u jiných procesů přípravy materiálů na bázi železa. Dále je hořčík používán k dopování zinkových slitin určených k odlévání, u kterých snižuje teplotní roztažnost a zlepšuje mechanické vlastnosti. Další kovy a slitiny jsou také dopovány hořčíkem, ale již v menší míře. Dalším využitím hořčíku je příprava čistého titanu pomocí Krollova procesu. Použití hořčíku jakožto konstrukčního materiálu se rozvinulo zejména díky poměru hustoty a pevnosti. V moderním průmyslu se více než čistý hořčík používá hořčík za přítomnosti dopujících prvků. Nejčastějšími způsoby přípravy hořčíku jakožto konstrukčního materiálu jsou v současnosti odlévání a tváření. Do těchto dvou skupin je hořčík dělen i dle současné normy. Dále existují modernější přístupy přípravy konstrukčního materiálu na bázi hořčíku, z nichž nejrozšířenější je prášková metalurgie [5].



## 2.4. Legující prvky materiálů na bázi hořčíku

Hořčík je možné připravit komerčními metodami i ve vysoké čistotě běžně s čistotou přesahující 99,8 %. Atomový poloměr hořčíku nám dovoluje použít velkou škálu legujících prvků s příznivým velikostním faktorem. Jedná se o prvky s rozdílem velikosti atomovým poloměrů maximálně 15 % vzhledem k hořčíku. Příklady prvků užívaných v komerčních slitinách jsou hliník, zinek, cer, stříbro, thorium, zirkonium a další [7].

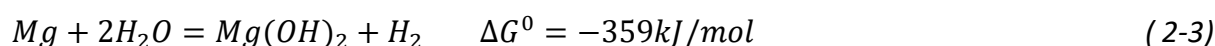
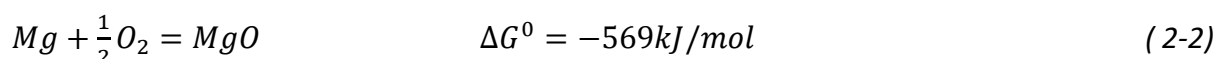
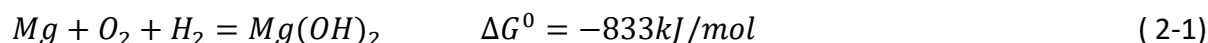
- Hliník je nejčastěji používaným legujícím prvkem ve slitinách hořčíku. Maximální rozpustnost hliníku v hořčíku je 12,7 hm. % při eutektické teplotě. Hliník výrazně ovlivňuje mechanické vlastnosti hořčíku zejména tvrdost a pevnost tuhého roztoku. Z technologických vlastností zlepšuje slévatelnost. Při obsahu hliníku nad 6 hm. % je možné slitinu precipitačně vytvrdit. S rostoucím obsahem hliníku se zvětšuje interval tuhnutí což vede k náchylnosti na vznik mikrostaženin a ředin při odlévání.
- Zinek je u slitin hořčíku druhým nejpoužívanějším prvkem. V synergii s hliníkem zvyšuje pevnost za běžných teplot. V kombinaci se zirkoniem, thoriem či prvky vzácných zemin vytváří zinek precipitačně vytvrditelné slitiny. Při vyšším obsahu (nad 1 hm %) ovšem zvyšuje křehkost za zvýšených teplot.
- Cín v malém množství snižuje tvorbu trhlin při tváření za tepla čímž zvyšuje tvářitelnost.
- Lithium snižuje měrnou hmotnost hořčíkové slitiny a zlepšuje tvářitelnost. Negativum je zvýšení reaktivnosti slitiny.
- Stříbro se přidává pro zlepšení mechanických získaných vytvrzováním.
- Zirkonium zjemňuje zrno, pokud je rozpuštěné v tuhém roztoku. Může se vázat na hliník či mangan a tvoří s nimi stabilní sloučeniny z tohoto důvodu se nepřidává do slitin s těmito prvky.
- Thorium se do slitin hořčíku přidávalo zejména pro zlepšení creepové odolnosti slitiny až na teploty přesahující 370 °C.
- Yttrium je další prvek, jež se přidává do slitin hořčíku pro zlepšení creepové odolnosti až do 300 °C. Rozpustnost Ytria dosahuje v hořčíku až 12,4 hm. %
- Mangan, jenž má rozpustnost 1,5 hm % se do slitin přidává zejména z důvodů vyvážení škodlivých příměsí. Zejména železa, jež je vyvážáno do Fe-Mn precipitátů. Dále zvyšuje korozní odolnost ve slané vodě.
- Železo je první z nežádoucích příměsí na jejíž vyvážání používáme mangan. U komerčně čistých slitin se průměrný obsah železa pohybuje mezi 0,01 hm. % až 0,03 hm. %. U slitin, kde je požadována vysoká korozní odolnost se limituje horní hranice na 0,005 hm. % [5].
- Nikl je další prvek snižující korozní odolnost hořčíkových slitin už při malém množství. U komerčně čistých slitin se průměrný obsah niklu pohybuje mezi 0,01 hm. % až 0,03 hm. %. U slitin, kde je požadována vysoká korozní odolnost se limituje horní hranice na 0,005 hm. % [5].
-

Dále se u hořčíkových slitin běžně přidávají prvky zlepšující metalurgické pochody mezi tyto prvky řadíme:

- Beryllium je do hořčíku přidáváno pro snížení reaktivnosti hořčíku v kapalném stavu. Nepoužívá se při lití do pískových forem z důvodů hrubnutí zrna.
  - Vápník přidáváme pro snížení rychlosti oxidace povrchu při odlévání a tepelném zpracování. Navíc zvyšuje tvářitelnost hořčíkových plechů.
- Křemík se do slitin hořčíku přidává pro snížení viskozity při odlévání. V kombinaci s železem má ovšem negativní vliv na korozní vlastnosti [5,7].

## 2.5.Koroze Mg a biomateriály na bázi Mg

Korozní odolnost čistého hořčíku a materiálů na bázi hořčíku je velmi často zmiňována jako největší slabina těchto materiálů. V několika odvětvích, mezi něž řadíme zejména automobilový průmysl a letecký průmysl, jsou hořčík a materiály na bázi hořčíku významným kandidátem pro nahrazení hliníkových slitin a slitin železa, zejména díky jeho nízké hustotě a vysoké měrné pevnosti. Ovšem jeho nízká korozní odolnost se ukazuje jako velmi závažný problém v řadě provozních prostředích. Hořčík je jako konstrukční materiál i v automobilovém či leteckém průmyslu často vystaven atmosférické korozi, na niž se nyní zaměříme. Koroze hořčíku ve složitějších korozních prostředích je podrobně rozebírána v knihách [4] a [8]. Z termodynamického hlediska je hořčík velmi aktivní kov. Gibsovy volné energie reakcí probíhajících v atmosférickém a vodném prostředí nabývají podstatně záporných hodnot. Jak nám ukazují následující rovnice:



Z těchto rovnic vyplývá že hořčík se v atmosférickém a vodném prostředí spontánně mění do svého oxidového stavu. Z tohoto důvodu se v daných prostředích rychle vytváří na povrchu hořčíku oxidová či hydroxidová vrstva. V tab. 2-2 můžeme vidět chemický potenciál sloučenin vznikajících při reakcích v atmosférickém či vodném prostředí, přičemž čím nižší potenciál, tím stabilnější je daný stav Mg.  $Mg(OH)_2$  může za jistých podmínek, například v silně alkalickém vodném prostředí, tvořit ochranný film na povrchu hořčíku. V atmosférických podmínkách je ochranný film tvořen molekulami  $MgO$ . Ochranný film na povrchu hořčíku při porovnání s ochranným filmem hliníku poskytuje menší ochranu. Tento efekt je v atmosférickém prostředí způsoben praskáním oxidové vrstvy, pokud tato vrstva dosáhne větší tloušťky [4].

Tab. 2-2 Chemický potenciál hořčíku a jeho sloučenin při 25 °C [4]

Stav Mg	Oxidační číslo	Skupenství	$\mu_0$ (kcal/mol)
Mg	0	Tuhé	0
Mg <sup>+</sup>	+1	Iont	-61
Mg <sup>2+</sup>	+2	Iont	-109
Mg(OH) <sub>2</sub>	+2	Tuhé	-199
MgH	-1	Plynné	+34
MgH <sub>2</sub>	-2	Tuhé	-8
MgO	+2	Tuhé	-136

## 2.6. Úvod do biomateriálů na bázi hořčíku

Nízká korozní odolnost a vysoká reaktivita materiálů na bázi hořčíku způsobuje problémy jak v technologiích přípravy, tak i v konstrukčním užití. Jeví se jako důvod nízkého užívání materiálů na bázi hořčíku pro běžné konstrukční účely. Ovšem existuje odvětví, ve kterém mohou být korozní vlastnosti hořčíku ku prospěchu, zejména v případě, že dokážeme předvídat a ovlivňovat rychlost přítomných korozních pochodů. Řeč je o bioinženýrských aplikacích. V bioinženýrských aplikacích existují vedle bioinertních a biokompatibilních materiálů i materiály biodegradabilní. Biomateriály jsou v dnešní době nejčastěji používány na fixaci zlomenin a k výrobě kloubních náhrad. Při fixaci zlomené tkáně by patřičně navržené biodegradabilní materiály eliminovaly potřebu opětovné operace pro odstranění implantátu po srůstu tkáně. Zásadní je ovšem brát v úvahu změnu mechanických vlastností a tvaru implantátu v průběhu jeho předpokládané životnosti. Toto je v současné době studováno pomocí počítačových výpočtových simulací.

Prvotní užití hořčíkových biodegradabilních implantátů se neseťkalo s úspěchem z důvodu vysoké rychlosti koroze implantátů za současného uvolňování vodíku do těla. Navzdory těmto neúspěchům se díky zvětšující se čistotě dostupného hořčíku dočkal výzkum biodegradabilních slitin na bázi hořčíku nového zájmu. Hořčík v lidském těle hraje nezastupitelnou roli a na jeho hladinu dokáže tělo účinně reagovat homeostatickými mechanismy. Z těchto důvodů se považuje toxicita hořčíku jako téměř nulová vzhledem k rychlosti jeho rozpouštění [1].

## 2.7. Prášková metalurgie materiálů na bázi hořčíku

Prášková metalurgie patří mezi metody používané pro výrobu UFG (velmi jemnozrnných) materiálů, tato metoda se označuje jako bottom-up metoda, tedy metoda, jež vytváří velkoobjemový materiál spojováním menších částí. V naší diplomové práci se zajímáme zejména o kombinované použití bottom-up a top-down metod a jejich závislosti na výsledné vlastnosti materiálu. Prášková metalurgie je proces, při kterém z kovového prášku připravujeme jeho zpracováním objemový výrobek, aniž by došlo k roztavení jeho hlavních složek. Tento proces se skládá z výroby kovových prášků a jejich příprav pro potřeby výrobku.

Dále zpracování práškového materiálu do konečného produktu, tedy zhutnění prášku, a v mnohých případech i slinování výsledného produktu. Mezi výhody PM patří zejména možnost vyrábět tvarově náročné součástky bez potřeby dalšího zpracování. Další klad je možnost vyrábět slitiny materiálů, jejichž výroba je konvenčními metodami slévárenství náročná, až nemožná. V tomto ohledu je důležité zmínit materiály s rozdílnými teplotami tavení, materiály s omezenou vzájemnou rozpustností v tekutém stavu a materiály s velkým rozdílem hustot. Další důležitá výhoda PM je zvýšená možnost kontroly velikosti zrn [9].

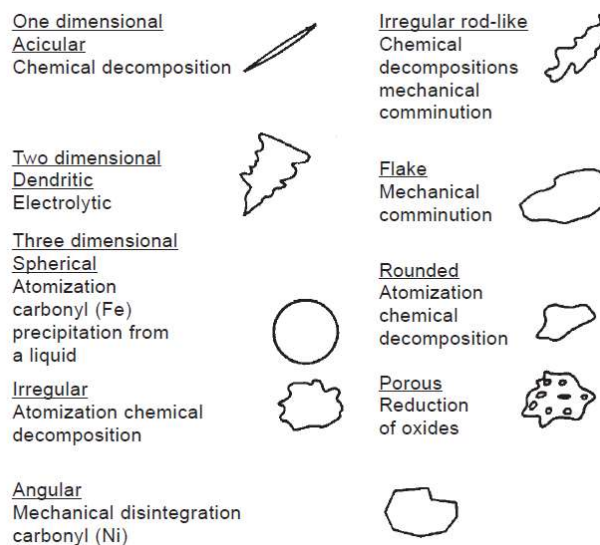
Prvním krokem práškové metalurgie je příprava prášku. Metody přípravy prášků čistých kovů ale i metaloidů či práškových slitin a sloučenin, je možné rozdělit do 3 základních skupin a to:

1. chemické metody,
2. fyzikální metody,
3. mechanické metody.

Do těchto skupin či jejich kombinací můžeme rozdělit všechny metody přípravy prášků. Mezi čistě chemické metody řadíme výrobu prášků chemickou redukcí či rozkladem. Do skupiny fyzikálních metod řadíme podskupinu elektrolytických metod a dále pak atomizaci, jež je nejrozšířenější metodu přípravy hořčíkových prášků. Poslední kategorie, tedy mechanické metody fungují na principech otěru, stříhu, tlaku či nárazu. Mechanické metody jsou často používány na materiály, u nichž dochází k jednoduchému lomu, například antimon či bismut. Některé z těchto metod se v upravené verzi hojně používají k homogenizaci prášku a mísení. U vzniklých prášků se ve vztahu k výslednému produktu hodnotí zejména tyto vlastnosti:

1. velikost částic a distribuce velikosti částic,
2. tvar částic,
3. hustota prášku,
4. měrný povrch částic,
5. reaktivita povrchu částic,
6. kvalita promísení.

Při vztažení těchto vlastností na námi studované materiály na bázi hořčíku musíme brát v potaz aktivitu povrchu, jež způsobuje oxidaci při kontaktu se vzduchem, kdy vzniklé oxidy mohou významně ovlivnit vlastnosti výsledného materiálu. Z významných faktorů je dále nutné definovat tvar částic, základní tvary jsou vyobrazené na obr. 2-2 [10].



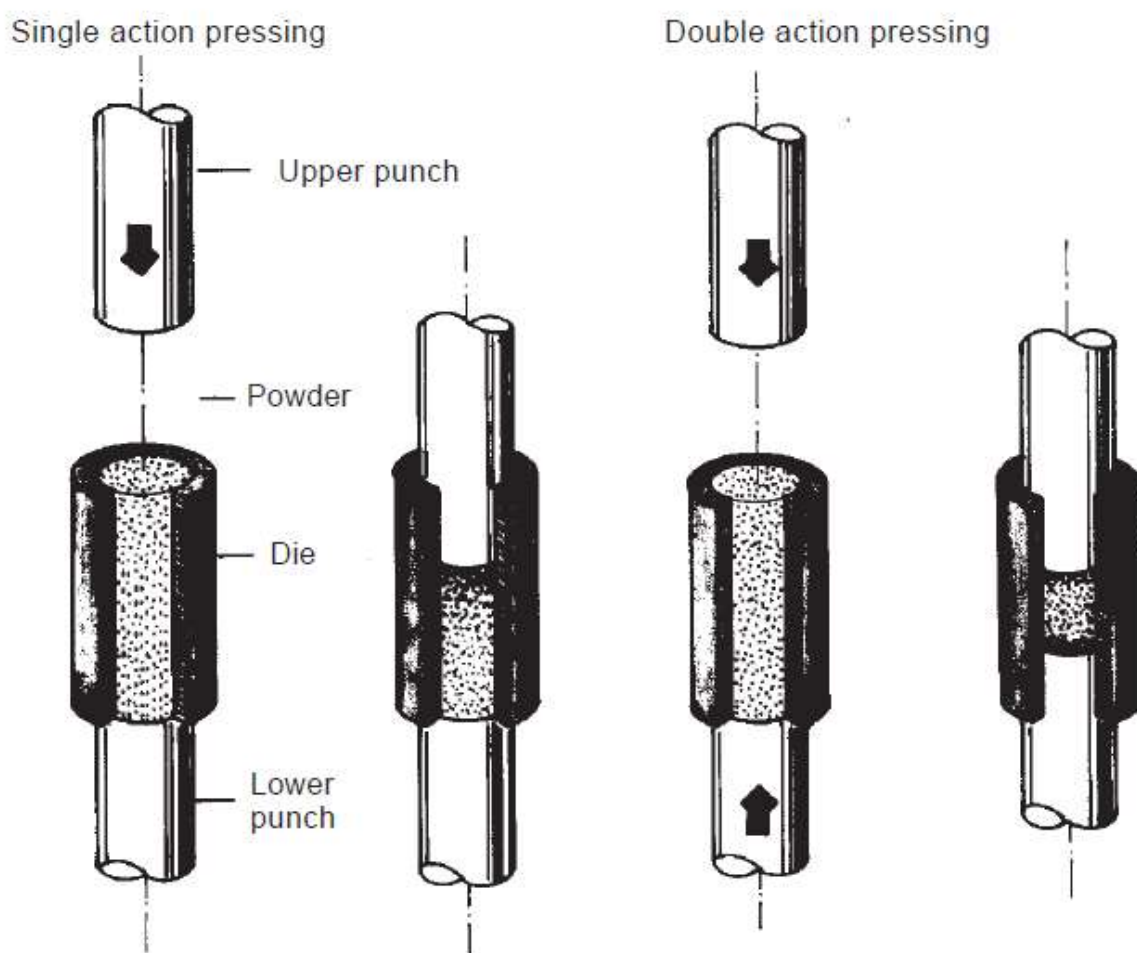
Obr. 2-2 Základní tvary prášku s příkladem typické výroby [10]

Po přípravě prášku, jeho homogenizaci, legování a dalších technologických mezikrocích následuje zhutnění výrobku. Zhutnění je proces, při kterém dosáhneme výrobek manipulační pevnosti. Další cíl zhutňování výrobku je dosažení tvarů co nejbližších finálnímu výrobku, s ohledem na následnou metodu slinování. V neposlední řadě dodává zhutnění výrobku určitý level a typ pórovitosti. Procesy zhutňování můžeme rozdělit dle několika faktorů. V první řadě procesy dělíme na procesy s působením přidaného tlaku a procesy beztlakého zhutňování. Mezi primární způsob dělení procesů tlakových, patří dělení na kontinuální a diskontinuální procesy. Dále máme kvantitativní způsoby dělení dle aplikovaného tlaku, dle rychlosti procesu a také dle teploty, za které proces probíhá. Dalším dělícím faktorem je směr působení tlaku na vzorek, z tohoto hlediska dělíme procesy na uniaxiální či hydrostatické. Uniaxiální lisování prášků je jedna ze základních tlakových metod, jež byla použita i na zhutňování vzorků v této práci. Tato metoda se skládá ze dvou jednoduchých kroků a to:

- vsypání naváženého množství prášku do matrice,
- jednostranné či oboustranné stlačení prášku [9,10].

Nákres metody uniaxiálního lisování je zobrazen na obr. 2-3. Za zmínku stojí zejména rozdíl v aplikaci tlaku pouze na jeden píst či na oba opozitní písty kdy v případě aplikace tlaku na jeden píst bude nejvíce zpevněn materiál přímo pod pístem. V případě vyvolávání tlaku oběma písty dojde k vysokému zhutnění na obou stranách vzorku a jediná méně zhutněná část vzorku se bude vyskytovat v jeho centru. Tato metoda je možná za pokojové teploty i za teploty zvýšené.

Analogicky na tuto metodu je možné technologicky aplikovat i metodu uniaxiálního lisování za tepla. U této metody je rozdíl v umístění lisovací komory do pece, čímž je zajištěna zvýšená teplota zpracovávaného prášku či předlisku. Díky tomu mohou být tlaky nižší než u zhutňování za studena, a v závislosti na teplotě se nám mohou při procesu projevit jiné fyzikální pochody [9;10].



Obr. 2-3 Princip zhutnění vzorku metodou uniaxiálního stlačení [10]

Posledním procesem práškové metalurgie je slinování. Jedná se o proces, při kterém dosahujeme provozních vlastností a poréznosti vzorku. Tímto procesem se rozumí převod materiálu z disperzního stavu s velkým měrným povrchem do stavu kompaktního bez dosažení teploty tání hlavní složky prášku. U jednokomponentních prášků se teplota slinování pohybuje na 60 až 75 % teploty tání daného materiálu. U vícesložkových prášků je teplota tání celku blízká teplotě tání komponenty s nejnižší teplotou tání. U některých práškových materiálů a technologií probíhá zhutňování a slinování v jedné operaci. Řídící silou slinování v tuhé fázi je přebytek volné povrchové energie. Pochody během slinování můžeme zařadit do jedné z následujících skupin popsanych Hirschhornem a Germanem.

- počáteční spojování částic,
- růst krčku mezi částicemi,
- uzavírání pórových sítí,
- zakulacování pórů,
- zhušťování a uzavírání pórů,
- hrubnutí pórů.

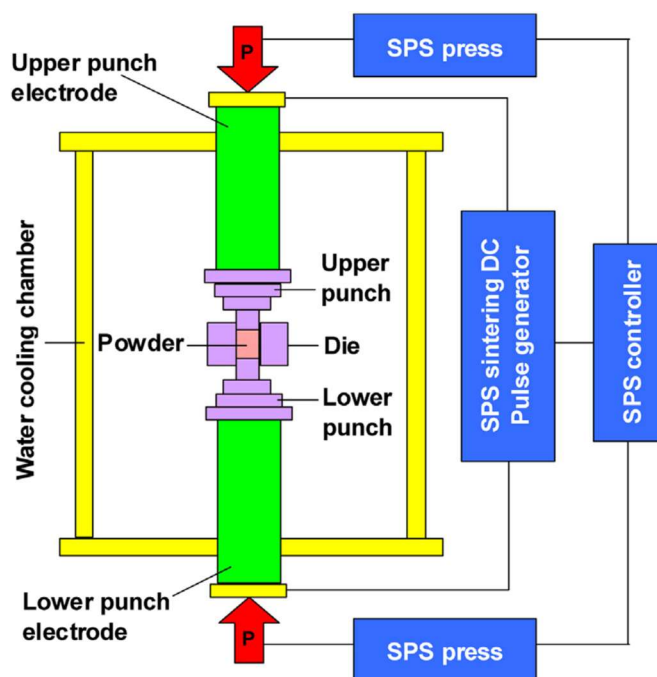
Slinování je možné dělit na slinování s přídavným tlakem či slinování bez zvýšeného tlaku. Slinování bez tlaku dělíme na procesy v tuhém stavu a procesy s tekutou fází. Hnací síla slinování bez zvýšeného tlaku je snaha materiálu snížit energii systému. Tato snaha se projevuje:

- snížením specifické povrchové plochy díky růstu kontaktních ploch mezi částicemi,
- snížením objemu pórů či jejich sferoidizaci,
- eliminace nerovnovážné koncentrace mřížkových defektů,
- eliminací nerovnovážných stavů u multikomponentních systémů.

Slinování bez tlaku dělíme na procesy v tuhém stavu a procesy s tekutou fází [9-10].

## 2.8.SPS (Spark Plasma Sintering)

SPS neboli slinování jiskrovým výbojem, je jedna z metod použitých pro přípravu vzorků v experimentální části této práce. SPS je slinovací proces probíhající díky současnému působení uniaxiálního tlaku a užití nízkonapěťového stejnosměrného proudu o vysoké proudové hustotě, jenž je aplikován v ON/OFF módu, kdy impulzy trvají nejčastěji v rozmezí 1-300 milisekund. Užitý tlak je zpravidla nižší než u jiných slinovacích procesů. Pro proces se nejčastěji užívají grafitové formy vzhledem k elektrickým vlastnostem grafitu. Základní výhoda tohoto procesu je vysoká rychlost a nízká globální slinovací teplota. Pochody, k nimž dochází během tohoto procesu jsou stále předmětem výzkumu. Nicméně obecně uznávaná teorie předpokládá vznik elektrických oblouků mezi práškovými částicemi v počáteční fázi slinovacích pochodů. Tyto plazmové oblouky jsou dle této teorie zažehnuty vlivem pulzů aplikovaného stejnosměrného proudu. Vzniklé plazmové oblouky vedou k rychlému krátkodobému lokálnímu ohřevu. Ke globálnímu ohřevu dochází vlivem Joulova efektu u vodivých prášků. U nevodivých vzorků dochází k přenosu tepla z lisu, jenž se zahřívá svým vnitřním odporem. Díky nízké globální teplotě za přítomnosti lokálních teplotních skoků jsme schopni dosáhnout slinované struktury bez velkého zhrubnutí zrna. Náskres procesu SPS je zobrazen na obr. 2-4 [11-13].



Obr. 2-4 Schéma SPS procesu [11]



### 3. Metody SPD (Sever Plastic Deformation)

#### 3.1. Úvod a definice SPD

Velikost zrna je jedním z faktorů řídících mechanické vlastnosti materiálu, přičemž velikost povrchových zrn má výrazný vliv na interakci materiálu s prostředím. Pro podstatnou část vlastností má pozitivní efekt zmenšování velikosti zrn. Tepelným zpracováním v běžném provozu dosahujeme velikosti zrn v oblasti 5-10  $\mu\text{m}$ . V praxi je velmi náročné až nemožné vytvořit běžnými postupy materiál se zrny pod 1  $\mu\text{m}$  [14]. K dosažení dostatečně jemnozrnného materiálu se používají dva přístupy. Jedním z nich je takzvaný bottom-up (volně přeloženo „od dna nahoru“). Mezi tyto přístupy řadíme všechny technologické procesy vytváření nano či mikrozmnozrnného prášku, který je následně konsolidován. Druhý typ metod se v literatuře nazývá top-down přístup, do kterého patří primárně techniky intenzivní plastické deformace (SPD, Severe Plastic Deformation). Přístup top-down značí, že zmenšujeme zrna již v existujícím hrubozrnném vzorku [15]. Za využití moderních SPD procesů vděčíme P.W Bridgmanovi, který ve své práci popsal postupy kombinování vysokých hydrostatických tlaků a smykové deformace které jsou základem každé SPD metody Jeho experimentální stroj, Bridgmanova kovádkina, je předloha k procesu torze za vysokého tlaku (HPT) [15].

Zpracování pomocí metod SPD, tedy metod intenzivní plastické deformace („severe plastic deformation“), je „Řada postupů, která v materiálech vytváří velmi vysoká napětí vedoucí k značnému zjemnění struktury bez významné změny v dimenzi (objemu) vzorku“ [16]. Dalším charakteristickým rysem SPD metod je navrhnutí tvářecích přípravků tak, aby zabráňovaly volnému toku materiálu, a tedy zachovávaly celkovou dimenzi vzorku. [16] SPD metody nám tedy umožňují vytvářet velmi jemnozrnný materiál pomocí řízené plastické deformace. Velmi jemnozrnným materiálem, tedy UFG (Ultra fined grain), je v tomto kontextu rozuměn polykrystalický materiál s průměrnou velikostí zrna menší než 1  $\mu\text{m}$ . Pohybujeme se teda v rozsahu velikostí zrn v oblasti 100-1000 nanometrů, tedy submikrometrické oblasti či v oblasti pod 100 nanometrů. V rámci tohoto dělení nazýváme metody SPD, které vytváří struktury se zrny menšími než 100 nanometrů jako metody Nano SPD [15] Tyto struktury mohou být v jiných zdrojích označovány zkratkou NSM, tedy nano-strukturní materiály („nanostructured materials“) [17]. Pro objemový UFG materiál dále existuje požadavek na homogenitu struktury a směrovou izotropii. Třetí naprosto zásadní požadavek nařizuje, že větší část hranic zrn musí mít charakteristiky vysokoúhlové hranice, což je podstatné k dosažení vlastností požadovaných od UFG materiálu [16].

Objemové NSM materiály vytvářené metodami SPD mají kromě klasických výhod NSM materiálů i několik vlastních výhod. Jedná se zejména o možnost modifikovat již existující objemový materiál a neexistenci obtížností i při jiném typu výroby. Při porovnání s bottom-up metodami se jedná zejména o zbytkovou porozitu přítomnou u konsolidovaných vzorků či přítomnost nečistot uvnitř slinutého materiálu způsobenou technologií přípravy konsolidovaného prášku. Díky současnému vědeckému zájmu byla již provedena aplikace SPD procesů nejen na čisté kovy, ale i na řadu intermetalik a komerčně užívaných slitin [17].

Důvodem naší snahy o zjemňování struktury objemového materiálu je podstatný vliv velikosti zrn materiálu na jeho mechanické a technologické vlastnosti. Z mechanických vlastností ovlivněných velikostí zrna se jedná zejména o pevnost a plasticitu. Nárůst pevnosti se řídí Hall-Petchovým vztahem, který je obecně platný až do minimální velikosti zrna 20 nanometrů.

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_{HP}d^{-1/2} [MPa] \quad (3-1),$$

kde  $\sigma_y$  je výsledné napětí,  $\sigma_0$  je třecí napětí potřebné k pohybu dislokací a  $K_{HP}$  je materiálová konstanta, přičemž  $d$  je velikost zrna v milimetrech. Z předchozí rovnice je vidět, že se zmenšující se velikostí zrna pevnost roste. Hall-Petch ovšem platí zejména při nízkých homologických teplotách [14]. Nárůst pevnosti po zpracování čistých kovů metodami SPD se může vyšplhat až na osminásobek [15]. U NSM navíc můžeme pozorovat jev nazývaný superplasticita. U UFG struktur se snižuje homologická teplota, při které se tento jev vyskytuje. Navíc byla superplasticita pozorována u UFG i při vysokých rychlostech zatěžování [17]. Superplasticita je jev, při kterém dochází k významné plastické deformaci vlivem vzájemného pokluzu po hranicích zrn. Při vyšších homologických teplotách a při konstantním zatěžování se dá předvídat rychlost deformace pomocí rovnice:

$$\dot{\epsilon} = \frac{ADGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n [-] \quad (3-2),$$

přičemž  $D$  je difuzní koeficient spočítaný dle Arrheniovy rovnice,  $G$  je modul pružnosti ve smyku,  $b$  je Burgesův vektor,  $k$  je Boltzmanova konstanta,  $T$  je teplota v Kelvinech,  $\sigma$  je konstantní aplikované napětí,  $A$  je bezrozměrná konstanta a exponent  $p$  značí převrácenou hodnotu velikosti zrn, zatímco  $n$  nám značí převrácenou hodnotu stresu. Pro porovnání pro hrubozrnný materiál je princip tečení materiálu převážně intragranulární povahy, proto dosazujeme exponent  $p=0$ , ovšem při zjemnění zrna vstupují do hry procesy, které jsou na velikosti zrna závislé, jmenovitě Nabarro-Heringův či Cobleho difuzní creep. Superplastický tok, jak je zmíněno výše, je způsoben pokluzem hranic zrn a dále změnami uvnitř zrna, které se snaží zamezit vzniku kavít. Pro odhad deformace při superplastickém chování používáme rovnici (3-2), přičemž  $p=2$ ,  $n=2$   $D=D_{GB}$  kde  $D_{GB}$  je koeficient difuze po hranicích zrn a  $A$  se blíží 10. Proto můžeme tvrdit, že při dostatečné teplotní stabilitě nově vzniklých zrn je zjemňování zrn účinný prostředek k dosažení superplasticity za zvýšených

teplot či zvýšených rychlostí deformace, což vyplývá z rovnice (3-2) kde se velikost zrn vyskytuje v převrácené hodnotě pod druhou mocninou [14].

Pokud se nám podaří zvednout pevnost a plasticitu materiálu zároveň, velmi pozitivně to ovlivní sekundární charakteristiky materiálu, zejména houževnatost a únavové charakteristiky materiálu. U ocelí vede zjemňování zrn, tedy zpevňování pomocí Hall-Patche, k současnému zvyšování houževnatosti. U metod SPD dochází k prudkému nárůstu pevnosti u většiny případů, ovšem zároveň dochází ke snižování plasticity vlivem většího vnitřního napětí způsobeného dislokační hustotou. Dále musíme brát v úvahu závislost prodloužení na deformačním zpevnění materiálu dle  $\varepsilon_u = n$  pro válcové vzorky, kde  $n$  je koeficient deformačního zpevnění a  $\varepsilon_u$  je rovnovážné prodloužení. Pro zjednodušení si můžeme představit dokonale plastický materiál, kde  $n=0$ , a tedy tvoření krčku začne hned po vyčerpání elasticity materiálu. Tato závislost nám naznačuje, že vzorek je mechanicky stabilní do doby, než zátěžné napětí a předchozí napětí dosáhne maxima deformačního zpevnění. Materiály s vysokou nevyužitou možností deformačního zpevnění jsou tedy odolnější proti vzniku krčku, zatímco UFG, ve kterých je již potenciál deformačního zpevnění velmi vyčerpán, vykazují nízkou stabilitu proti lokalizaci napětí. [18] [15] Zvyšování plasticity se může objevit u specifických slitin či kovů. Bylo to pozorováno u vytvrditelných slitin hliníku, které velmi dobře reagují na SPD procesy zvýšením nejen pevnosti ale i únavového života a houževnatosti při zachování plasticity vzorku. Můžeme říci, že plasticita vzorku není běžně vlivem SPD procesů zvýšená s přiznáním několika výjimek. Ovšem již bylo několikrát pozorováno na slitinách titanu hliníku a dalších (Invar Fe-36Ni), že odolnost materiálu proti deformaci v lokalizovaném místě (krčku) se zvyšuje významně. Tento jev vysvětluje zvýšení plasticity některých materiálů zpracovaných metodami SPD oddálením vzniku krčku aktivací dalších mechanismů deformace tedy fázovou transformací či dvojčatěním na místo běžného skluzu dislokací [15].

Vliv SPD na únavové vlastnosti byl také zkoumán i přesto, že únavové vlastnosti materiálu nevykazují přímý vztah k velikosti zrna jako v případě pevnosti. Do roku 2013 byla většina únavových testů na vzorky zpracované SPD metodami prováděna zejména na vzorcích zpracovaných metodou ECAP s doplňujícím tepelně-mechanickým zpracováním. Bylo shrnuto, že vliv SPD metod vytvářejících UFG struktury na únavové charakteristiky materiálu je ovlivněn zejména kombinovaným vlivem plasticity a pevnosti. Můžeme předpokládat, že další SPD metody budou vykazovat podobnou závislost únavové životnosti na kombinaci plasticity a pevnosti jako ECAP s přidaným faktorem tvaru napětíového pole, které dané metody budou vytvářet [15].

Naším hlavním zájmem při zpracování SPD metodami je nejčastěji zvyšování pevnosti. Při dosahování tohoto cíle nám ovšem nesmí uniknout negativní vliv na některé podstatné vlastnosti. Kromě možnosti negativního vlivu na plasticitu nesmíme opomenout vliv na tepelnou stabilitu. Ta je u materiálů zpracovaných SPD metodou podstatná vzhledem k anihilaci dislokací, které jsme do materiálu zavedli. Například čistá měď zpracovaná metodou ECAP má tendence anihilovat dislokace při pokojové teplotě, kdy rychlost anihilace dislokací je závislá na deformaci způsobenou metodou SPD.

Jedním z více specifických důsledků zjemnění struktury pomocí NanoSPD může být vliv na magnetické vlastnosti materiálů, zejména je u feromagnetických materiálů ovlivnění Curieho teploty a magnetické saturace [17]. Tyto jevy by mohly metody SPD předurčit k přípravě součástek využívajících rychlé změny magnetické orientace. Při pohledu na chemické vlastnosti má SPD pozitivní účinky zejména díky zmenšení povrchových zrn což u většiny kovů zvyšuje odolnost proti korozi. Tyto výsledky byly nahlášeny například u titanu, mědi a hořčíku. Zlepšená korozní odolnost vede k pokročilému zkoumání hořčíku zpracovaného metodou SPD pro účely biodegradabilního materiálu. Degradace je pro dané použití zásadní, ovšem u nezpracovaného hořčíku nabývá příliš vysokých rychlostí pro dané použití, zatímco různým stupněm zpracování je rychlost degradability významně kontrolována strukturou.

Biomateriály jsou v poslední době jeden z případů kde se začínají metody SPD uplatňovat stále častěji pro výrobu různých druhů implantátů. Zejména titan, jenž patří mezi nejpoužívanější materiály pro výrobu trvalých implantátů těží z vylepšení mechanických vlastností, jež mu UFG struktura přináší. Hlavním důvodem je možnost použít po takovémto zpracování i titan komerční třídy čistoty, aniž bychom museli jeho mechanické vlastnosti zvedat mnohdy nevhodnými legurami. Již byl zaznamenán experiment na komerčně čistém titanu, kdy byla po modifikovaném ECAP procesu naměřena mez pevnosti 1330 MPa a mez únavy 620 MPa. Extrémně zjemnělá struktura vytvořená SPD metodami na povrchu implantátu navíc podporuje růst a přilnavost buněk v okolí implantátu, ovšem co se týká tohoto faktu, nesmíme zapomínat, že implantáty jsou vystavovány dalším povrchovým úpravám, které mohou mít různý efekt na tuto zlepšenou interakci. Titanové implantáty jsou proto hojně používány pro náhrady zubů a kostí.

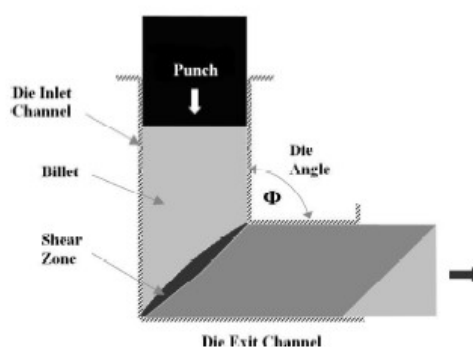
Velkého zájmu se těší zejména slitina Ti-Nb, která má nejen mechanické vlastnosti jako Youngův model, srovnatelné s vlastnostmi kostí, ale i vykazuje dobrou biokompabilitu. Co se týče dočasných bioimplantátů největší použití a výzkum se zaměřuje především na hořčík a materiály na bázi hořčíku, zejména pro jejich vysokou rychlost biodegradace a také schopnost těla absorbovat vzniklé produkty. Vhodná kombinace síly a správná rychlost degradace jsou dosahovány vhodně zvolenou kombinací chemického složení slitiny, mikrostruktury dané slitiny a povrchové úpravy daného implantátu. Jednou z dříve používaných slitin byla slitina Mg-Zn-Ca, jež má vhodné mechanické rychlosti a poměrně rychlou biodegradabilitu. Vzhledem k rychlosti léčebných procesů se ovšem ukázala biodegradací rychlost tohoto materiálu až příliš velká a vodík, jenž se při biodegradaci

této slitiny uvolňuje se také uvolňuje rychleji, než je tělo schopné vstřebat. Degradace je pomalejší u méně dopované slitiny, ovšem za cenu snížených mechanických vlastností. Vstupuje na scénu zjemnění struktury až na UFG, díky kterému můžeme překonat i mechanické vlastnosti originální slitiny. Na závěr bylo navíc u materiálu Mg-4Li-1Ca pozorováno že bylo zjemněním zrna do UFG oblasti kromě dobré tvárnosti a pevnosti dosaženo i zvýšené biokompability po použití ECAP metody [14;17;19].

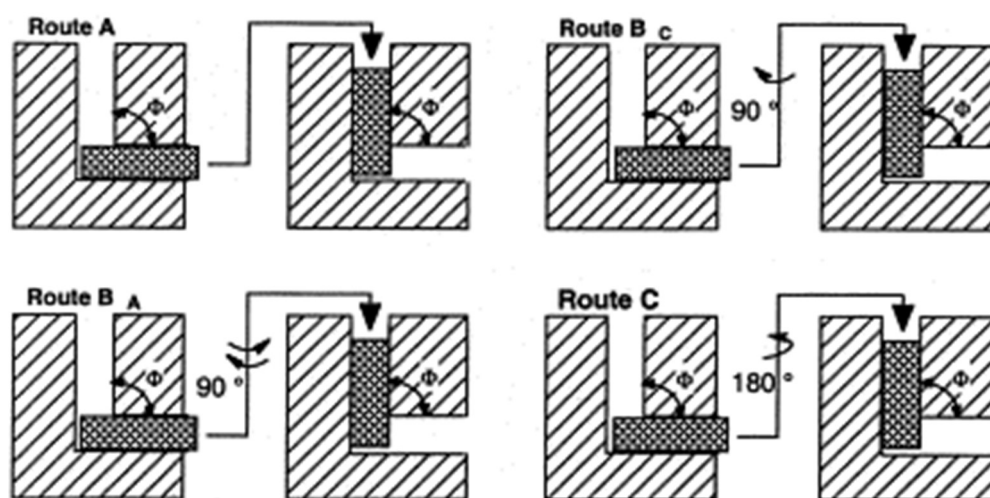
### 3.2. Metody SPD

Jak bylo psáno v předchozích kapitolách metody SPD vytváří velmi jemnozrné materiály tedy UFG materiály. Charakter mikrostruktury či submikrostruktury, její homogenita a velikost zrn struktury závisí nejen na struktuře původního materiálu a jejím fázovém složení, ale i na použité SPD metodě a následném zpracování [17]. Ačkoli můžeme v dnešní době zařadit mezi SPD metody velké množství procesů, největšího zájmu se stále dostává dvěma z nejstarších metod, tedy HPT (torze za vysokého tlaku) a ECAP (úhlové protlačování) a jejich modifikacím zaměřeným na kontinuální výrobu [14].

ECAP je specifický typ protlačování u kterého nedochází ke změně průřezu vzorku. Forma je složena ze dvou kanálů, jež jsou spojené pod úhlem specifickým pro daný proces. Vzorek je protlačován směrem k ohybu za pomoci pístu. Akumulaci dislokací dochází vlivem smykového napětí při průchodu vzorku místem kde se dva kanály potkávají. Schéma této metody je možné vidět na obr. 3-1. Při opakovaném protlačování má na výslednou strukturu a mechanické vlastnosti vzhledem ke krystalické mřížce materiálu vliv i směr otáčení vzorku mezi jednotlivými průchody. Různé typy otáčení můžeme vidět na obr. 3-2 [15;20].



Obr. 3-1 Schéma metody ECAP [20]

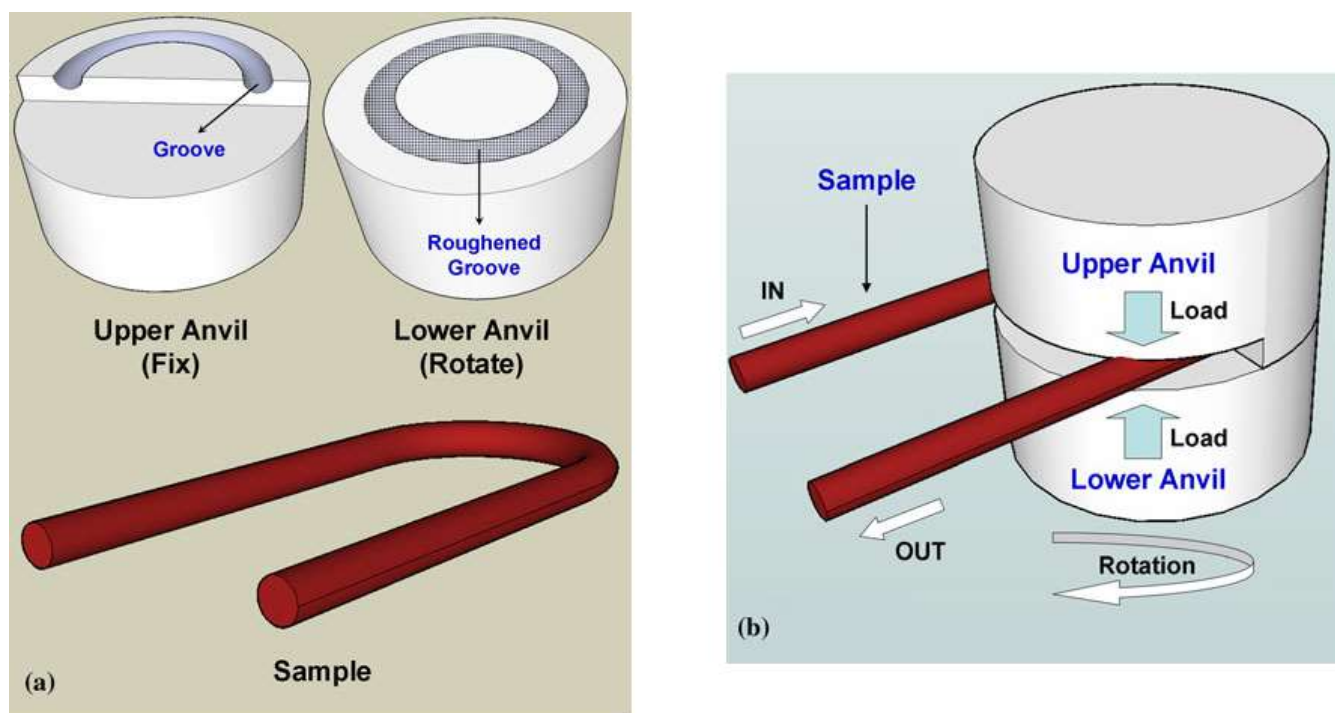


Obr. 3-2 Cesty opakovaného průchodu metodou ECAP [21]

U čistých kovů dosahuje metoda HTP velikosti zrn v oblasti 100 nm, zatímco metoda ECAP se pohybuje v oblasti 200-300nm [17]. Další přiblížení porovnávající ECAP a HTP metody můžeme vidět na experimentu, při kterém byly porovnávány vzorky vyrobené ze stejného materiálu a stejnou přípravou, jež následně prošly metodou ECAP či metodou HPT. Materiálem použitým při popisovaném experimentu byla komerčně dostupná slitina mědi s 1 hmotnostním procentem Zr. Vzorky, jež byly zpracovány metodou ECAP byly protlačeny kanálem majícím vnitřní úhel  $110^\circ$  a vnější zakřivení  $20^\circ$ . Tato geometrie vedla k přetvoření vzorku o velikosti přibližně 0,8 po jednom průchodu, což vedlo k celkovému přetvoření cca 6 [-] po osmi průchodech. Počet průchodů byl zvolen pro dosažení co nejlepší materiálové homogenity. Vzorek byl vždy po průchodu kanálem otočen o  $90^\circ$ , tedy dle metody Bc, tento typ můžeme vidět na obr. 3-2. Vzorek, jenž procházel procesem HPT byl zatížen tlakovým napětím 6GPa s omezeným pohybem materiálu. Materiál byl vystaven deseti otáčkám o rychlosti 1 otáčka za sekundu. Obě metody vedly k výraznému zjemnění zrna. Vzorek vystavený metodě ECAP dosahoval průměrné velikosti zrn  $\sim 350$  nm zatímco vzorek po procesu HPT dosahoval velikosti zrna  $\sim 300$ nm ve středu disku a až  $\sim 250$ nm na okraji disku. Další nepřehlédnutelná výhoda HPT procesu byl vzorek, jenž po tomto procesu vykazoval větší podíl vysokoúhlových hranic zrn, podíl dosahoval 65 % na krajích a 55 % ve středu vzorku, zatímco u metody ECAP byl naměřený podíl vysokoúhlových zrn 47 %. Při následném tahovém testu při teplotě 673 K dosahovaly oba vzorky zvýšené pevnosti, ale zatímco vzorek po procesu ECAP, nevykazoval změnu tvárnosti u HPT vzorku bylo navýšení značné. Tento jev je přisuzován velkému procentu stabilních vysoko-úhlových zrn [22]. Výsledky tohoto experimentu mluví celkem jednoznačně ovšem nesmíme zapomínat, že převést parametry HPT procesu na geometrii a parametry ECAP procesu nelze takto trivializovat.



V současné době je hlavní nevýhoda HPT pro průmyslové použití velikost vzorků, jež je možné touto metodou zpracovat. Již se ovšem začaly objevují upravené metody HPT, jež tuto slabinu zaměřují. Jedna z upravených metod pro kontinuální použití metody HPT je popsána v článku [23], zde je popsána úprava metody HPT pro kontinuální zpracování drátů a následně odzkoušena pro dráty vyrobené z čistého hliníku a mědi. Náskres této CHPT (continuous high pressure torsion metody) můžeme vidět na obr. 3-3 [15,23].



Obr. 3-3 Schéma metody CHPT [23]

### 3.3. Obecný popis metody HPT

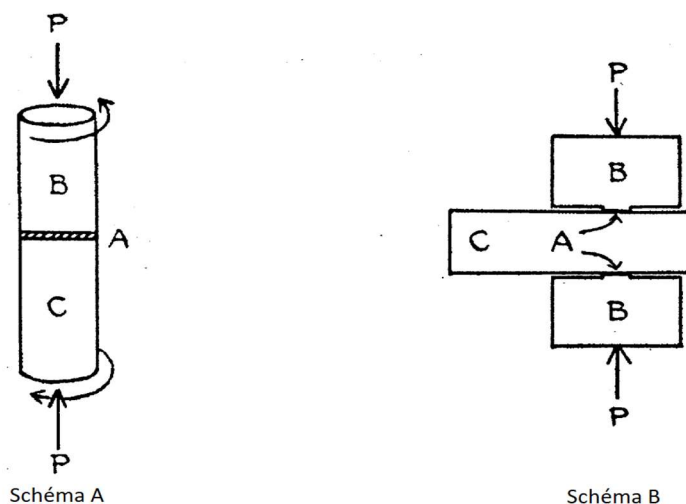
Metoda torze za vysokého tlaku (HPT-High Pressure Torsion) je metoda při které je vzorek, nejčastěji tvaru válce s malou výškou v poměru k průměru (disku), zatížen vysokým tlakovým napětím a následně je při stálém působení tohoto tlakového napětí vystaven smykovému napětí ve formě otáček nástroje, které se třením přenáší na vzorek. Vzhledem k tvaru nástrojů, které omezují volný tok materiálu, a vysokému tlakovému napětí proces probíhá za takzvaného kvazihydrostatického tlaku. Vysoké smykové napětí vede k tvorbě dislokací a dvojčat, která se dále podílejí na vývoji a zjemňování struktury. Proces se provádí za řízené teploty, která začíná na pokojové teplotě, a vrchní používaná teplota při procesu se odvíjí od materiálu vzorku.

Metoda HPT je jedna z metod SPD, které je věnováno nejvíce pozornosti, což je způsobeno kromě řady technologických faktorů i historií této metody. Jedná se o jednu z nejstarších, ne-li nejstarší metodu moderních SPD procesů. Kořeny má tato metoda v práci P.W Bridgmana v první polovině dvacátého století, kdy P.W Bridgman testoval vliv smykového napětí na vzorek za přítomnosti vysokého hydrostatického napětí [24] [25] [26]. Svým výzkumem položil základ metody HPT. P.W Bridgman je první, kdo navrhl zpracování kovů pomocí kombinace vysokého tlaku a smykového napětí. Jedním ze základních poznatků P.W Bridgmana je: „Pokud je tyč zatěžována krutem při současném působení podélné tlakové síly, je možné tyč zkroutit do mnohem většího úhlu bez vzniku trhliny, než by bylo možné bez přítomnosti podélného tlakového napětí. Zároveň velikost zatížení v krutu, které tyč vydrží bez vzniku praskliny je také zvýšené.“ [25] Tento přístup byl dále rozvinut v bývalém sovětském svazu, kde se vyvinul v dnes známé HPT metody. Aparát, který k experimentu P.W. Bridgman použil pod názvem Bridgmanova kovadlina je předkem moderních HTP zařízení, u kterých došlo zejména k technologickým a modernizačním změnám, ale podstata zařízení je stále nezměněná. V roce 1946 byla P.W Bridgmanovi udělena Nobelova cena za fyziku za vytvoření aparátu schopného vytvářet velmi vysoký tlak a za jeho přínos na poli fyziky vysokých tlaků [27].

Nyní se detailněji podíváme na Bridgmanovu kovadlinu a následně na moderní HPT zařízení. Vysvětlíme si princip fungování. Jak je psáno výše, zavedením vysokého hydrostatického tlaku posouváme hranici smykového (krutového) napětí, které materiál vytvoří. Bridgman ve svých spisech píše, že „neexistuje efektivní metoda, která by dokázala zatěžovat vzorek krutem pod hydrostatickým tlakem, ovšem velmi podobný výsledek má kombinace krutového napětí s podélným tlakovým zatížením“ Z těchto tezí vychází první přípravek pro testování krutu za vysokého „osového tlaku“ [25]. Na obr. 3-4 schématu A vidíme prvotní zjednodušení návrhu přípravku pro současné vyvíjení tlaku a krutu. V tomto případě začneme první vyvíjet tlak na písty B a C, pokud je kov disku A měkčí než kov pístů. Kov začne téct směrem ven a disk se začne zužovat. Disk se zužuje do doby, než dojde



k vyrovnání tlaku uvnitř disku a třecí síly mezi okraji disku a okraji pístů. Této tloušťce budeme říkat rovnovážná tloušťka. Jakmile dojde k dosažení rovnovážné tloušťky vzorku, je na písty aplikována průvodní opačná rotace, která je vyvážená elastickým pohybem v pístech a disku. Následující rotace pístů již způsobí deformaci disku za konstantní rychlosti, pokud nedojde k prokluzu na rozhraní disk-píst. Zařízení, které bylo při prvních experimentech původně používáno prošlo značnými modifikacemi od primitivního návrhu (obrázek 1, schéma A) až k použitému zařízení zobrazenému na schématu B.

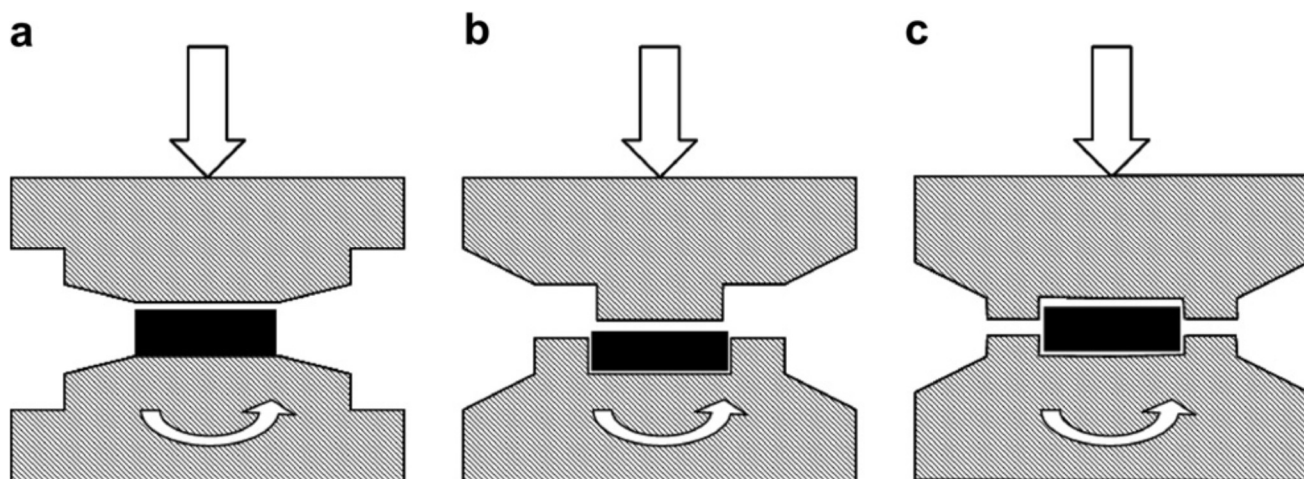


Obr. 3-4 Schémata Bridgmanovy kovadliny pro současné vyvíjení krutu a tlaku [26]

Zásadní změna byla provedena z důvodu rozložení napětí na nástrojích (cylindry B a C) kdy by došlo k vyosení cylindrů, z důvodu laterálního toku materiálu vzorku, mnohem dříve, než by došlo k maximálnímu zatížení nástroje v tlaku. Z popsaného důvodu byl vrchní cylindr B upraven do formy, kterou vidíme na schématu B, tedy byl opatřen pístem, jehož součástí je krátkým kruhový výstupek v místě kontaktu se vzorkem A. Píst C je nahrazen krátkým ocelovým blokem s plochým povrchem, na nějž je vložen vzorek. Pro odstranění třecího odporu působícího na kovadlinu během procesu je celý proces zrcadlen a probíhá tedy proces na dvou vzorcích zároveň. Tento prvotní aparát dosahoval dle autora článku maximálního tlakového zatížení působícího na píst až  $50\,000\text{ kg/cm}^2$  ( $5\,000\text{ MPa}$ ), smykové napětí vyvolaného přístrojem bylo dosaženo nejvýše  $18\,000\text{ kg/cm}^2$  ( $1\,800\text{ MPa}$ ), ovšem smykové napětí bylo závislé na materiálu vzorku.

Jádro moderního HTP zařízení se skládá z dvojice kovadlin, které jsou postavené proti sobě a ideálně vycentrované na jednu osu. Kovadliny proti sobě vyvíjí tlak  $P$ , zatímco horní či spodní kovadlina zároveň rotuje. Vzorek se nachází mezi těmito kovadlinami má obvykle tvar malého disku. Byla však již aplikována metoda i na válcové objekty či na vzorky prstenového tvaru. Kromě automatizačních úprav došlo zejména k úpravě nástrojů (kovadlin) Dnes nástroje dělíme podle jejich charakteru a podle toku materiálu vzorku. První skupina (schéma a) dovoluje materiálu volný tok během procesu, který je omezován pouze třením

mezi vzorem a kovadlinami. Druhý typ (schéma b a c) je oproti prvnímu typu navržen pro kontrolu až zabránění toku materiálu během procesu. Toho je dosaženo konstrukcí nástroje. Základní přístup je vytvořit dutinu v jedné z kovadlin, zatímco druhá má výstupek, který s danou tolerancí sedí do dané dutiny. Další možnost, která brání volnému toku materiálu je vytvoření polovičních dutin v obou protichůdných kovadlinách. Zabráněním volného toku materiálu za přítomnosti tlakového napětí vytváříme takzvaný quazihydrostatický tlak [28]. Tvar nástroje a jeho vliv na tok volného materiálu má na proces velmi významný vliv. Například byl pozorován vliv tvaru kovadlin na průběh alotropické transformace v zirkonu [29].



Obr. 3-5 Rozdíl v moderních nástrojích pro HPT [28]

### 3.4. Řízené parametry metody HPT

Během procesu HPT řídíme pět procesních parametrů a stav vstupního materiálu. Čtyři z těchto parametrů řídíme vzájemným pohybem kovadlin, pátý parametr řídíme uzavřením vzorku s kovadlinami do topného tělesa. Pohybem kovadlin řídíme hydrostatické (tlakové) napětí působící na vzorek a napětí smykové. Napětí smykové kontrolujeme zejména počtem otáček, kterým je vzorek vystaven. Dále řídíme rychlost smykového zatížení pomocí rychlosti otáček jedné z kovadlin. Vstupním parametrem, jenž primárně neřídíme pohybem kovadlin je teplota. Teplota je řízená topným tělesem přítomným v zařízení, je ovšem nutné počítat se zahříváním vzorku vlivem masivních deformací.

Vzhledem k povaze procesu je nejvíce zkoumaný vliv smykového napětí na vzorek. Smykové napětí, které se přenáší na vzorek z otáček spodní kovadliny vlivem třecích sil má zásadní vliv na výslednou strukturu. Od samého počátku této metody bylo zřejmé, že smykové napětí není pro vzorek homogenní v celém jeho průměru, nýbrž napětí roste se vzdáleností od středu. Deformaci přítomnou na jakémkoli bodě disku je možné vypočítat pomocí rovnice:

$$\gamma = \frac{2\pi N r}{h} \quad (3-3),$$

přičemž  $N$  je počet otáček procesu,  $r$  je vzdálenost námi zkoumaného bodu od středu a  $h$  je tloušťka disku. Z rovnice je patrné, že v oblasti středu vzorku bude přetvoření dosahovat nulových hodnot, což je komplexní problematika, které se budeme věnovat později. Tato rovnice platí za předpokladu, že tloušťka disku je nezávislá na počtu rotací. Za téhož předpokladu bylo vyjádřeno rovnovážné přetvoření dle Von Misesa, které můžeme vidět v následující rovnici:

$$\varepsilon_{ekv} = \frac{2\pi N r}{h\sqrt{3}} = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} \quad (3-4),$$

Rovnice (3-4) ovšem platí jen pro deformaci  $\gamma < 0,8$ , pro větší deformace určujeme deformace z rovnice:

$$\varepsilon = \left(\frac{2}{\sqrt{3}}\right) \cdot \ln \left[ \left(1 + \frac{\gamma^2}{4}\right)^{\frac{1}{2}} + \frac{\gamma}{2} \right] \quad (3-5).$$

Rovnice může být dále upravena pro zahrnutí změny tloušťky vzorku následujícím způsobem:

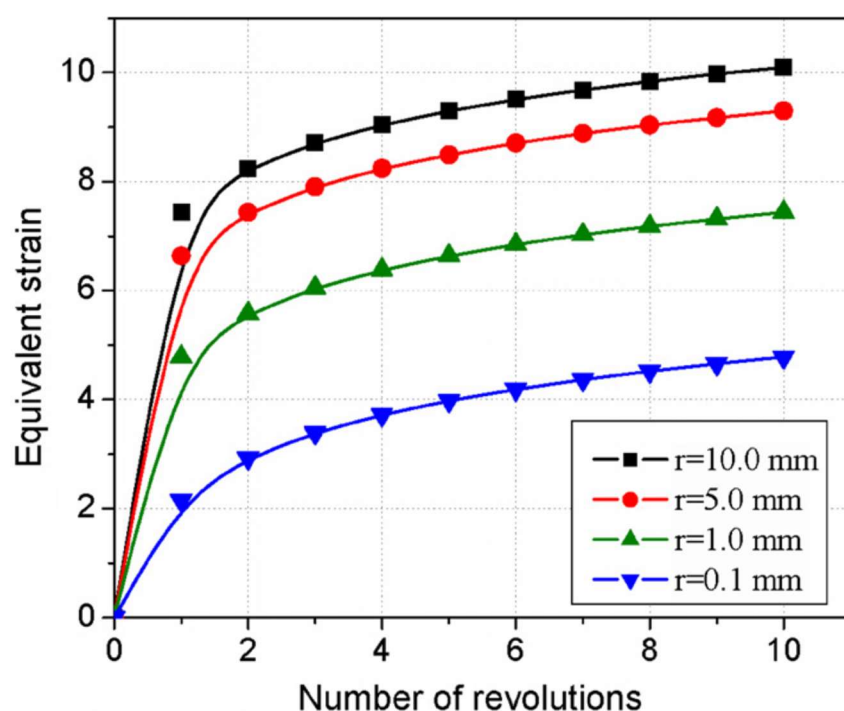
$$\varepsilon = \ln \left[ 1 + \left(\frac{\varphi \cdot r}{h}\right)^2 \right]^{1/2} + \ln \left(\frac{h_0}{h}\right), \quad (3-6),$$

kde:  $\varphi = 2\pi N$ ,  $h_0$  je původní tloušťka vzorku a  $h$  je tloušťka vzorku v době výpočtu.

V posledním kroku je možné tuto rovnici zjednodušit, jelikož platí:  $\varphi = 2\pi N$  a  $\frac{\varphi \cdot r}{h} \gg 1$  do běžně užívané formy:

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{\varphi \cdot r \cdot h_0}{h^2}\right) = \ln\left(\frac{2\pi N \cdot r \cdot h_0}{h^2}\right) \quad (3-7).$$

Tato rovnice nám umožňuje početně určit smykovou deformaci působící na jakémkoliv místě vzorku při procesu HPT v závislosti na počtu otáček. Obr. 3-6 ukazuje závislost rovnovážného přetvoření na počtu otáček pro disky o průměru 10 mm, 5 mm, 1 mm a 0,1 mm se stálou teoretickou tloušťkou 0,1 mm [28].



Obr. 3-6 závislost počtu otáček na poměrném přetvoření

Z grafu je patrné zpomalení růstu deformace v okolí dvou celých otáček. Je patrné že akumulované deformace vyskytující se v oblasti vysokých poloměrů v téměř saturované oblasti osmi celých otáček jsou velmi blízké hodnotám v polovičním poloměru tedy  $r=5$ , dále je pozorovatelné že deformace blízké středu, které by se měly blížit 0 jsou ve skutečnosti jen 2,5krát menší než deformace v maximálním měřeném obvodu. Což je v rozporu z tezí, která tvrdí že napětí ve středu by mělo být nulové. Pro tento jev existuje celá řada teorií. První věc podporující tento jev je náročnost detekovat centrum disku s přesností větší než 0,1 mm. Další faktor je technologická příprava vzorků kdy běžné fólie užívané v transmisním elektronovém mikroskopu nabývají průměru tři milimetry a je zde tudíž také náročné najít přesný střed disku. Vzhledem k těmto obtížnostem se často namísto přetvoření udává počet otáček procesu [28].

### 3.5. Zkoumání vlivu metody HPT na vzorek

V současné době jsou vzorky vyráběné metodou HPT převážně mincového tvaru, to omezuje počet metod, kterými můžeme vzorek testovat. Například klasická zkouška tahem je u vzorků s velmi malou výškou, které získáme metodou HPT náročně aplikovatelná. Limitované je i využití jiných běžných zkoušek.

První přiblížení na efekt a rozsah SPD metody nám přinese pozorování metalografického výbrusu za vhodně zvoleného zvětšení. Z předchozích odstavců je zřejmé že SPD procesy ve vzorku zejména ovlivňují množství akumulované deformace a velikosti zrn. Proto základním parametrem u velké části článků [22;30-32] zabývajících se SPD procesy výsledná velikost zrna. Nejčastěji určována při pozorování světelnou či elektronovou mikroskopií. Velmi často je při hodnocení ultra jemnozrnných metod využívána metoda EBSD (Electron Back Scattered Diffraction tedy difrakce zpětně odražených elektronů) Další součástí metalografického hodnocení je určení vzájemné orientace zrn při čemž je velmi vhodně využívána výše zmiňovaná metoda EBSD, jenž nám umožňuje určit velikost a orientaci zrn i pro zrna o velikosti desítek nanometrů.

Při potřebě určit orientaci zrn v objemovém materiálu je používána metoda rentgenové difrakce. Užití rentgenové difrakce bylo použito v článcích [32;33] a ukázalo se, jako významné zejména při zkoumání vzorků prošlých metodou HPT s HCP mřížkou, kde má orientace zrn významný vliv na mód deformace.

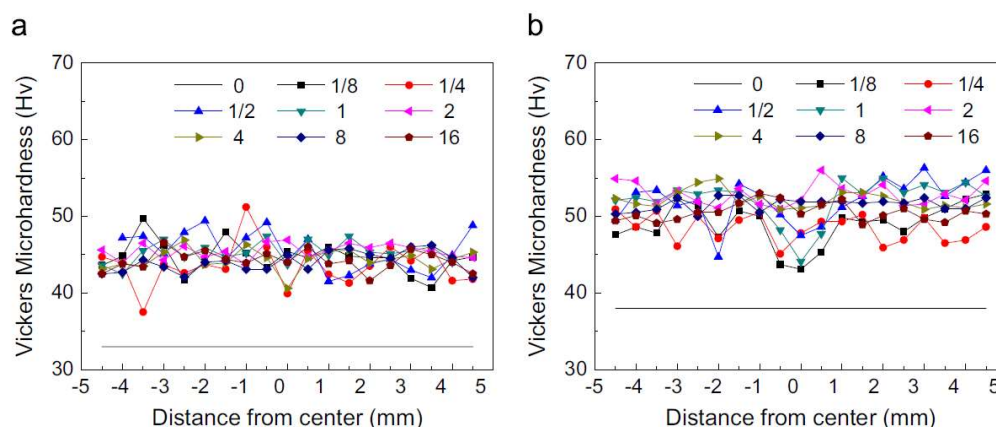
Mechanickým parametrem zkoumaným nejčastěji u většiny článků je mikrotvrдость vzorku. Mikrotvrдость je hodnocená z důvodu její závislosti na parametrech SPD metod. U vzorků dochází během procesů SPD k nárůstu mikro-tvrđosti přisuzovanému výraznému zjemnění zrna. Měření mikrotvrđosti vzorků zpracovaných metodou HPT je častá volba vzhledem k minimální potřebné úpravě vzorku před měřením, a dále schopnost odhalit lokální nehomogenity vzniklé během proces HPT u různých materiálů. U vzorků zpracovaných metodou HPT je velmi časté užití mikrotvrđosti v závislosti na vzdálenosti od centra vzorku. Standartní je také přepočet mikrotvrđosti v závislosti na poměrném přetvoření, přepočet vzdálenosti od středu na poměrném přetvoření je v rovnici (3-3), a zde bych zdůraznil že  $r$  v této rovnici v případě měření mikro-tvrđosti značí střed indentoru. [34]

## 4. Vliv metody HPT na materiály na bázi hořčíku

### 4.1. Vliv počtu otáček procesu HPT na vývoj struktury a vlastností

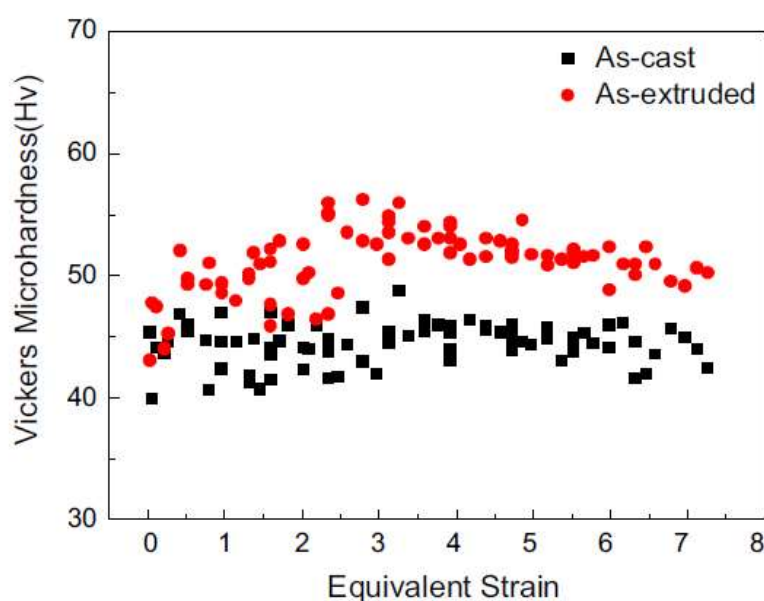
Vliv metody HPT na hořčík vykazuje jistá specifika, jež u dalších materiálů nejsou přítomná. Tato specifika jsou způsobena zejména vlivem mřížky, ve které hořčík krystalizuje, tedy HCP. HCP, jak je všeobecně známo, je oproti ostatním mřížkám velmi limitována počtem skluzových systémů. To činí hořčík náročný pro zpracování plastickou deformací za pokojové teploty. Vlivem hydrostatického tlaku je možné materiály plasticky deformovat bez porušení za hranice jejich normálních možností.

První přiblížení do chování čistého hořčíku zpracovaného metodou HPT, poskytnou výsledky experimentů zkoumaných v článku [32]. Pro zkoumání byla použita zejména mikrotvrdość dle Víkrse v závislosti na vzdálenosti od středu a dále byl kladen důraz na zkoumání metalografické struktury vzorku. Při pohledu na vývoj mikrotvrdości je patrné že u hořčíku dochází již při malém přetvoření (jež můžeme převést na otáčky, jak bylo psáno výše) k velmi strmému nárůstu mikrotvrdości, následná deformace má již na mikrotvrdość poměrně malý vliv. Zkoumané vzorky se skládaly z komerčně čistého hořčíku o čistotě 99,8 %, vzorky byly ve dvou formách, ve dosaženém přímo po odlití a ve stavu po protlačování při teplotě 350 stupňů Celsia a s poměrem protlačování 12:1. Vzorky byly po přípravě vystaveny následujícím otáčkám: 1/8, 1/4, 1/2, 1, 2, 4, 8 a 16. Procesy byly prováděny za pokojové teploty při tlaku 6GPa a za rychlosti otáček 1 otáčka za minutu. První uváděná metoda zkoumání se zaměřuje na mikrotvrdość, zejména na vývoj mikrotvrdości v závislosti na počtu otáček a vzdálenosti od středu. Na obr. 4-1 vidíme vývoj mikrotvrdości v závislosti na vzdálenosti měření od středu vzorku. Ačkoliv se vzorek A, B liší hodnotami Hv (odlitý vzorek A vzrostl z hodnot mikrotvrdości 30 Hv na hodnoty pohybující se v okolí 45 Hv, zatímco protlačovaný vzorek B vzrostl z hodnot v okolí 39 Hv na hodnoty pohybující se v okolí 52Hv) oba vzorky vykazují společný průběh změny vlastností následující proces HPT. Zejména můžeme vidět značný nárůst tvrdosti ve všech místech vzorku. Ovšem zářezajícím faktem zůstává neexistence závislosti nárůstu tvrdosti na vzdálenosti od středu disku, a dále není patrný ani značný nárůst tvrdosti se zvyšujícím se počtem otáček [32].



Obr. 4-1 Vývoj mikrotvrdosti v závislosti na vzdálenosti od středu pro jednotlivé počty otáček, kde původní vzorky jsou a) disk v původním stavu a b) disk zpracovaný protlačováním [32]

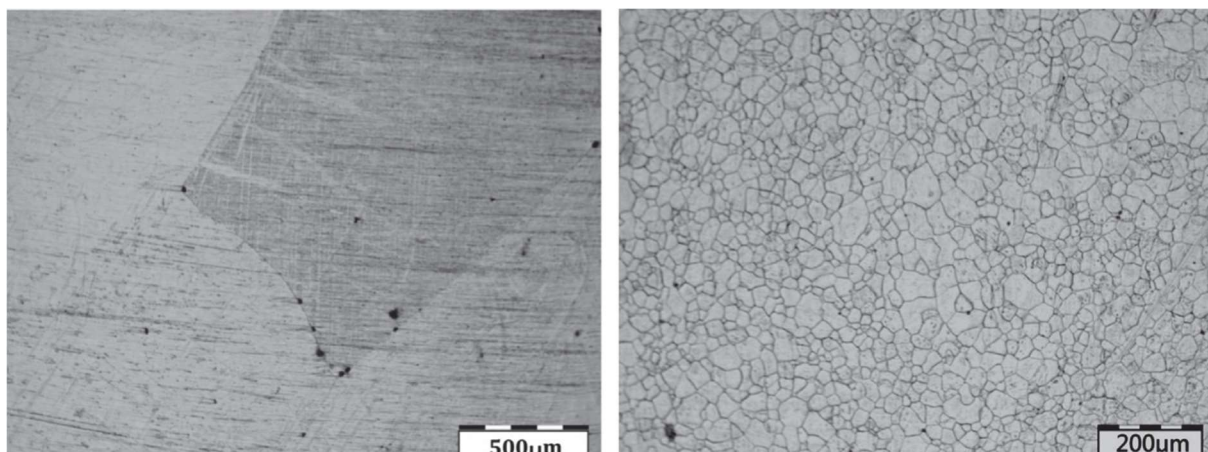
Na obr.4-2 je zanesena závislost mikrotvrdosti Hv na vypočítaném poměrném přetvoření. Z grafu je patrné že i pro poměrné přetvoření blízké nule, jehož bylo dosaženo v blízkosti středu disku, se dostáváme na zvýšené hodnoty Hv v porovnání s nezpracovaným materiálem, jež byly stanoveny 32Hv. Tyto hodnoty se zvyšujícím poměrným přetvořením vykazují velmi malý růst a zároveň snižování rozptýlu. Podobný průběh má i materiál v původně protlačeném stavu který ovšem vykazuje strmější nárůst tvrdosti v oblasti rovnovážné deformace od 0 do 3 [32].



Obr.4-2 Závislost mikrotvrdosti na rovnovážném přetvoření pro odlitý a protlačený vzorek [32]



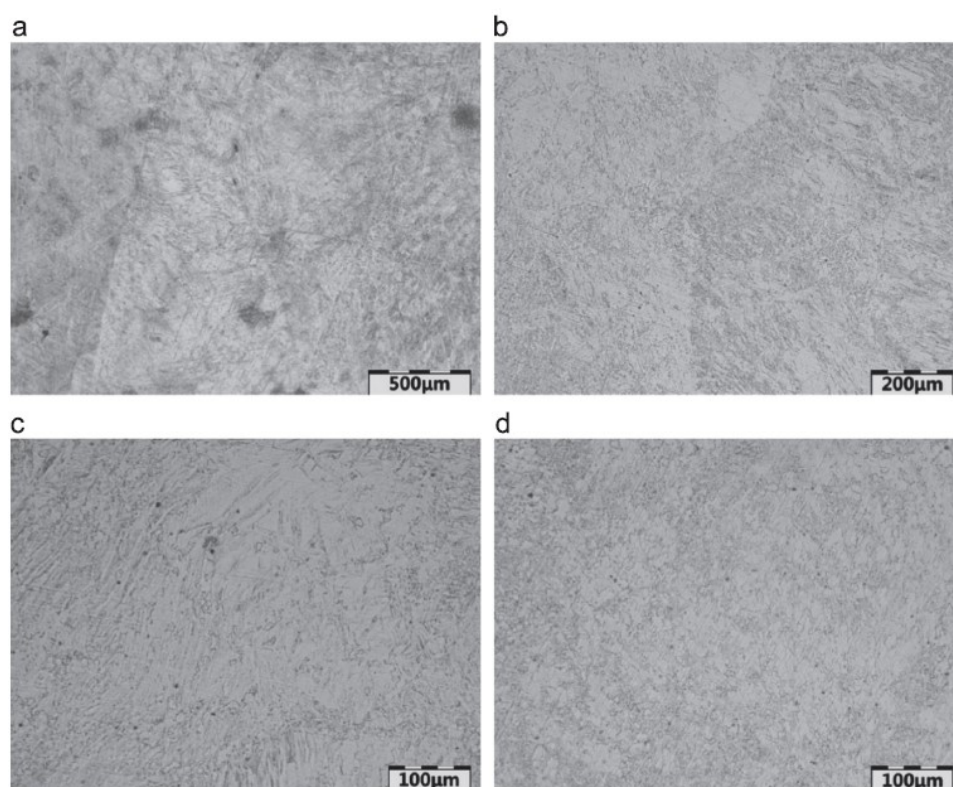
Při porovnání dat z obr. 4-1 s grafem, ve kterém jsou hodnoty mikrotvrdosti v závislosti na rovnoměrné deformaci (obr.4-2), všimneme si u hořčíku zejména obrovskému nárůstu tvrdosti již po osmině otáčky i v oblastech těsně přiléhajících na střed disku. Tato tvrdost se poté zvyšuje s rostoucím rovnovážným přetvořením velmi pomalu, téměř až saturuje. Toto chování je velmi odlišné od ostatních čistých kovů. Následným napasováním výsledných hodnot na vývoj mikrostruktury je snaha vysvětlit příčinu tohoto odlišného chování [32].



*Obr. 4-3 Vstupní mikrostruktura před procesem HPT (vlevo Mg v odlitém stavu, vpravo ve stavu tvářeném [32])*

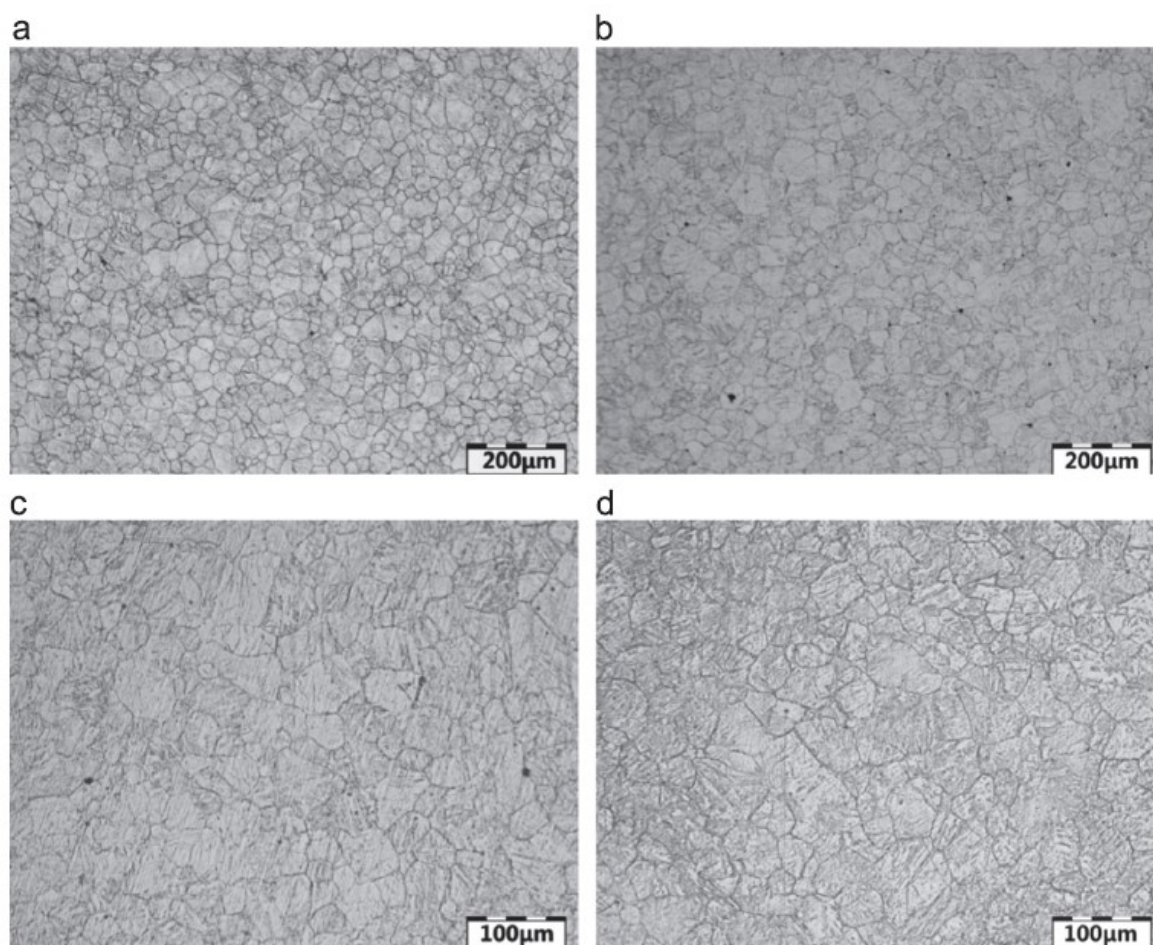
Na prvních dvou vzorcích vidíme mikrostrukturu dvou vstupních materiálů tedy přímo odlitého hořčíku a hořčíku po protažení. Na první rozdíl je patrný zejména rozdíl velikostí zrn, kdy na odlitém vzorku jsou zrna dosahující velikostí až řádu milimetrů, zatímco zrna v protaženém materiálu jsou mnohem menší dosahující velikostí v oblasti 50  $\mu\text{m}$ .





Obr. 4-4 Vývoj struktury odlitého hořčíku během procesu HPT po a) 1/8, b) 1/4 c) 1/2 a d) 1 otáčce [32]

Na obr. 4-4 lze pozorovat vývoj mikrostruktury odlévaného hořčíku po procesu HPT při otáčkách 1/8, 1/4, 1/2 a 1. Vzdálenost snímků je zhruba 2,5mm od středu disku. Snímky byly pořízeny pomocí optického mikroskopu. Až do jedné otáčky nebyl pozorován vznik žádných nových zrn. Ovšem na snímcích je patrný vznik více kontrastních zón, které se s rostoucím počtem otáček vyvíjí. Tyto kontrastní zóny naznačují že původní zrno prochází značnou deformací, která je ovšem nehomogenní. Je zde patrná tendence deformovaných oblastí navzájem se shlukovat. Deformovaná zóna, jež je na snímcích charakterizována tmavším zabarvením, je také následně méně odolná leptání než méně zdeformované světlejší zóny, jež jsou blíže původní mikrostruktuře. Na obr. 4-5 je vývoj struktury za stejných podmínek jako na obr. 4-4, pouze s jiným typem vstupního materiálu. Vstupní materiál je v tomto případě hořčík po protlačování, jehož původní strukturu můžeme vidět na obr. 4-3. Vstupní struktura je mnohem jemnozrnější než u odlévaného vzorku, navíc zrna vykazují přednostní orientaci při vstupu do HPT procesu. Ze struktur je zjevné, že ke zjemnění zrn začíná docházet ve vzdálenosti 2,5mm od kraje po polovině otáčky. Po jedné otáčce si můžeme všimnout, že část hranic zrn protaženého vzorku ztrácí kontrast. Nejdůležitějším poznatkem je ovšem u některých zrn přítomnost velkého množství dvojčat, jež v původní struktuře nebyla pozorována. Při pozorování disku směrem od středu ke kraji po osmině otáčky, bylo zjištěno že počet dvojčat se zvyšuje směrem od středu disku k jeho okrajům, tedy se zvyšujícím se poměrným přetvořením. Oproti tomu ve středu disku byly hranice původních zrn velmi výrazné a se zvyšujícím se napětím ztrácí na kontrastu [32].

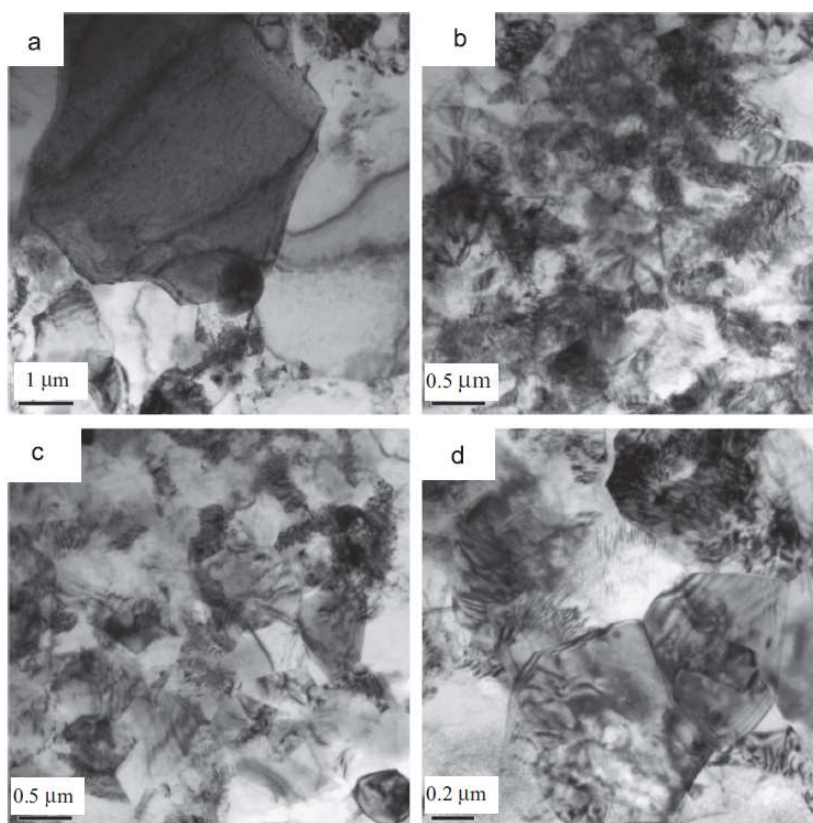


Obr. 4-5 Vývoj struktury protlačeného hořčíku během procesu HPT po a) 1/8, b) 1/4 c) 1/2 a d) 1 otáčce [32]

Pro bližší prozkoumání po jedné a po osmi otáčkách, kde je již průměrná velikost zrna natolik rafinována, aby nám znemožňovala získat dostatek informací použitím optické mikroskopie, byl použit transmisní elektronový mikroskop. Snímky byly pořízeny v oblasti vzdálené zhruba 2,5 mm od středu disku. Mikrostruktura po jedné otáčce (Obr. 4-6) vykazuje nehomogenitu s rozptylem velikostí zrn od 4  $\mu\text{m}$  až po 0,5  $\mu\text{m}$ . Struktura obsahuje velké množství oblastí, jež naznačují vysokoúhlové hranice, což je typické pro kovy tvářené za studena. V porovnání se strukturou po jedné otáčce vykazuje mikrostruktura po osmi otáčkách větší stupeň homogenity s průměrnou velikostí zrna 0,6  $\mu\text{m}$ . I v tomto vzorku je pozorováno mnoho struktur naznačujících vysokoúhlové hranice [32].

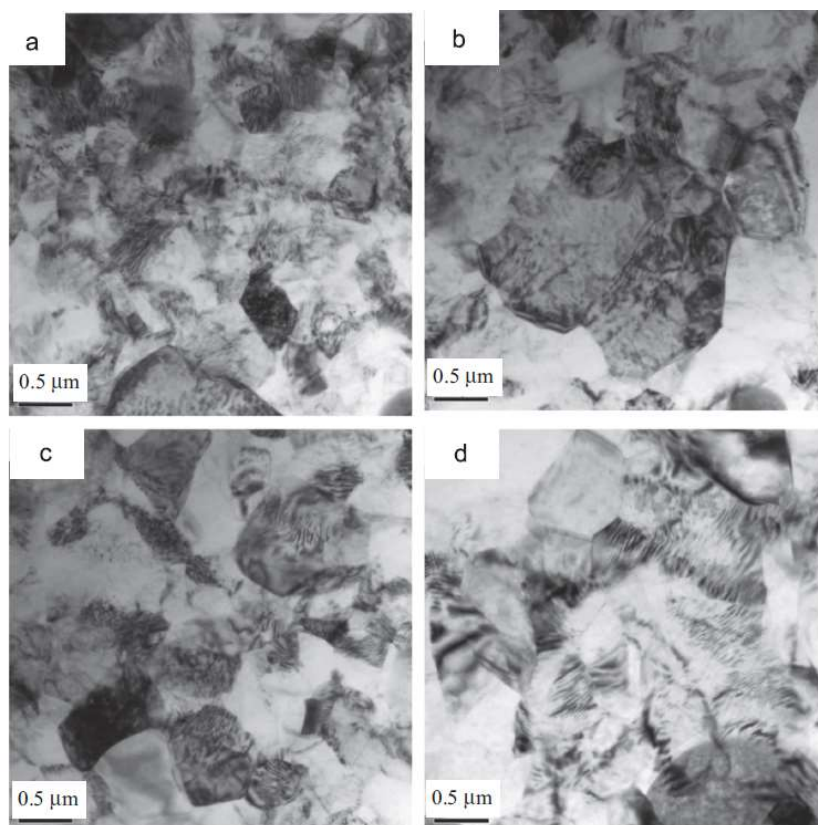
Podmínkou potřebnou k možnosti plastické deformace materiálu je splnění Von Misesova kritéria, jež vyžaduje pět nezávislých skluzových systémů. Ovšem u kovů se strukturou HCP, mezi něž patří i námi zkoumané magnézium, se za normálních podmínek vyskytují pouze čtyři nezávislé skluzové systémy, bazální  $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ , jenž u hořčíku vyžaduje nejmenší napětí pro pohyb. Další běžné skluzové systémy jsou prizmatického  $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$  a pyramidálního typu  $\{10\bar{1}1\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Pátý nezávislý systém, který může být

aktivován, je  $\langle c+a \rangle$ , pyramidální skluzový systém  $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ , ovšem napětí pro skluz tohoto systému je značně vyšší. Proto se nezřídka u HCP kovů místo páteho skluzového systému projeví mechanismus dvojčatění. Dva módy dvojčatění projevující se u hořčíku jsou  $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}\bar{1} \rangle$  a  $\{10\bar{1}\bar{1}\} \langle 10\bar{1}\bar{2} \rangle$ . Tyto systémy jsou známé jako tahové dvojčatění, jelikož způsobují deformaci podél osy C hexagonální mřížky, první systém vede k natažení osy a druhý systém zde popsán vede k její kompresi [32;35].



*Obr. 4-6 mikrostruktura tvářeného hořčíku po 1 otáčce HPT [32]*



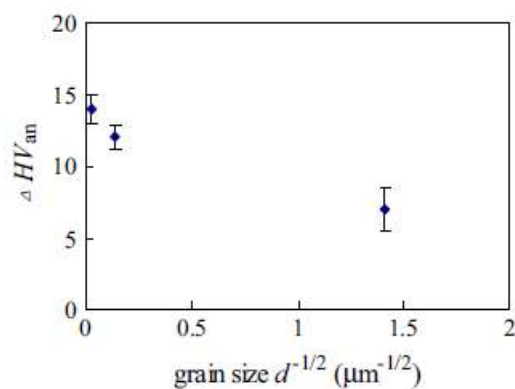


*Obr. 4-7 Struktura tvářeného hořčíku po osmi otáčkách. zobrazený pomocí TEM [32]*

Tento typ dvojčatění je totiž pozorován v případě tahového zatížení osy C hexagonální mřížky. Výsledkem je prodloužení dané osy C. Při rozhodování uplatnění dvojčatění či  $\langle c+a \rangle$  skluzového systému tedy závisí na napětí potřebném k pohybu dislokací v  $\langle c+a \rangle$  rovině, napětí potřebném k dvojčatění a na Schmidovu faktoru. Při vztahování této teorie na odlitý a tvářený vzorek můžeme předpokládat, že důvod nepřítomnosti dvojčat v odlitém hořčíku byl způsoben statisticky náhodným rozložením orientace zrn. Tato náhodná orientace vede ke Schmidovu faktoru, jenž nepreferuje dvojčatění (obr. 4-4). Vzhledem k Schmidovu faktoru nepodporujícímu dvojčatění je pátým skluzovým systémem aktivním při plastické deformaci  $\langle a+c \rangle$  skluzový systém. Pokud toto porovnáme s tvářeným vzorkem, obr. 4-5, kde vidíme velkou hustotu dvojčat již od jedné otáčky, naznačuje nám, že protlačením usměrněná struktura, kde je bazální rovina vzorku paralelní k rovině protlačování a perpendikulární ke krutu jenž je přítomen během HPT procesu, má Schmidův faktor velmi podporující dvojčatění. Schmidův faktor bazální roviny je nulový, zatímco Schmidův faktor  $\{10.2\}$  roviny se blíží jedné polovině, tedy maximální možné hodnotě, výsledkem čehož je velké množství dvojčat přítomných ve struktuře již při velmi malé deformaci během procesu HPT. Toto dvojčatění má za následek natočení bazální roviny o  $86^\circ$ . Z tohoto důvodu při dalším zpracování vzorku nad  $1/8$  otáčky začne opět převažovat skluz dislokací. Tento jev je příčinou nehomogenního rozložení mikrotvrdosti (obr. 4-1). Pokud zatížíme HCP mřížku tlakovým napětím paralelně na bazální rovinu (tedy kolmo na osu c) vytváříme tahové napětí podél osy c dojde k deformaci dvojčatěním, což vede k nižším hodnotám mikrotvrdosti. Zatímco při měření mikrotvrdosti, jež je vedeno kolmo na bazální rovinu, je materiálem preferován skluz dislokací, který ovšem

v tomto případě potřebuje ke svému průběhu větší napětí, naměřené hodnoty mikrotvrdosti tedy budou vyšší. Tento jev je velmi dobře pozorovatelný již na protlačeném vzorku, kde rovnoběžně s rovinou protlačování je naměřená mikrotvrdost 38Hv, zatímco kolmo na tuto rovinu byla naměřena mikrotvrdost až 50Hv. Při aplikaci získaných poznatků můžeme z běžných zpevňujících mechanismů přítomných u kovů, jež jsou dislokační zpevnění, precipitační zpevnění, zpevnění tuhým roztokem a zpevnění pomocí hranic zrn, vyřadit pro čistý hořčík zpevnění precipitační a zpevnění tuhým roztokem. Ovšem zpevnění hranicemi zrn a dislokační zpevnění nevysvětlují počáteční velký nárůst tvrdosti přítomný již po osmině otáčky, jak již bylo dříve naznačeno. Zcela zásadní vliv má natočení bazálních rovin HCP mřížky vzhledem ke směru zatížení, v našem případě tedy ke směru zkoušky mikrotvrdosti. Tomuto typu zpevnění říkáme strukturní zpevnění. Strukturní zpevnění u Mg je způsobené nejčastěji usměrněnými deformacemi v ose tváření, což vytváří vhodné podmínky pro nebazový skluz dislokací, při ohledu na vysokou aktivační energii  $\langle a+c \rangle$  systému vede toto usměrnění ke zvětšení pevnosti materiálu. Nebazální skluz je mnohem častěji pozorován v polykrystalickém materiálu. Byla nalezena závislost přítomnosti nebazálního skluzu na velikosti zrn kdy se zmenšující se velikostí zrn je pro systém jednodušší nebazální skluz. Existují tři principy, jež, by toto mohly způsobovat. První z nich poukazuje na velké koncentrace dislokací na hranicích zrn, jež vytváří napěťové pole, jež by mohlo napomáhat mimobazálnímu skluzu. Druhý princip poukazuje na napětí vytvořené pohybem dislokací v přilehlém zrně, podporuje vznik nebazálního skluzu. Třetí princip navrhuje samotné hranice zrn jako místo ideální pro vznik nebazálního skluzu. Toto ulehčení vzniku nebazálního skluzu se zmenšující se velikostí zrna ovšem znamená, že při dostatečně malých zrnech je sice materiál homogennější z hlediska mikrotvrdosti, ale efekt strukturního zpevnění se snižuje a dominantními zpevňujícími mechanismy jsou zpevňování dislokační a zpevňování dislokační.

Druhý způsob strukturního vlivu na mikrotvrdost materiálu, jež byl probírán je dvojčatění, které vyžaduje nižší energii než nebazální  $\langle a+c \rangle$  skluz, což vede k nižším hodnotám mikrotvrdosti. Při snižování velikosti zrn je aktivace dvojčatění v hořčíku a jeho slitinách stále méně častá což umožňuje skluzu dislokací stát se dominantním způsobem deformace. Jako příklad můžeme uvést slitinu AZ31 kde při teplotě 150 stupňů Celsia přestává docházet ke dvojčatění při velikosti zrn nižší než 4  $\mu\text{m}$ . Při shrnutí těchto poznatků je možné říci, že se zmenšující se velikostí zrna se snižuje efektivita strukturního zpevnění a zároveň klesá strukturní anizotropie, jelikož se snižuje mechanismus deformace pomocí dvojčatění. Nebazální skluz se stává mechanicky méně náročným. Extrapolací závislosti velikosti zrna na anizotropii tvrdosti, jež vidíme na obr. 4-8 zjistíme že anizotropie tvrdosti se zcela ztrácí při velikosti zrna nižší než 0,2  $\mu\text{m}$  [32].



Obr. 4-8 Závislost anizotropie mikrotvrdosti na velikosti zrna [32]

V následujících odstavcích je popsán vliv teploty procesu HPT a rychlosti otáček procesu HPT na slitinu AZ31 pro lepší korelaci s předchozími závěry je přiložena orientační tab. 4-1. Měření mikrotvrdosti u HPT procesu bylo v tab. 4-1 prováděno po deseti otáčkách.

Tab. 4-1 Orientační průměrná hodnota mikrotvrdosti pro materiály na bázi hořčíku zpracované metodami SPD [36]

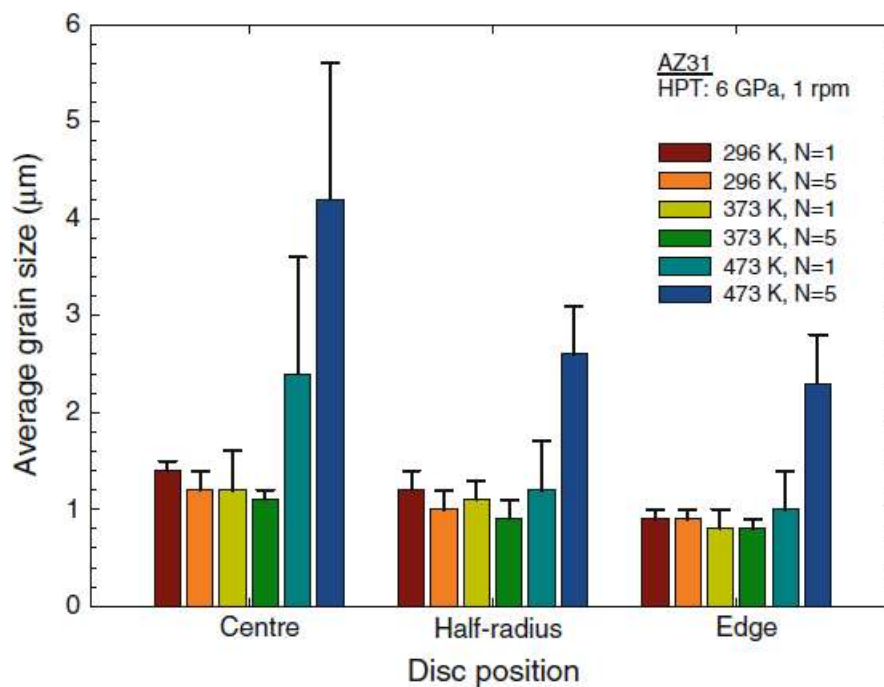
Materiál	Typ Procesu	Hv[kgf/mm <sup>2</sup> ]
Mg	HPT	45
AZ31	HPT	120
AZ91	HPT	131
ZK60	HPT	123
Mg-9 Al	HPT	120
ZK60	ECAP	90
AZ31	ECAP	87

## 4.2. Vliv teploty procesu HPT na materiál na bázi hořčíku

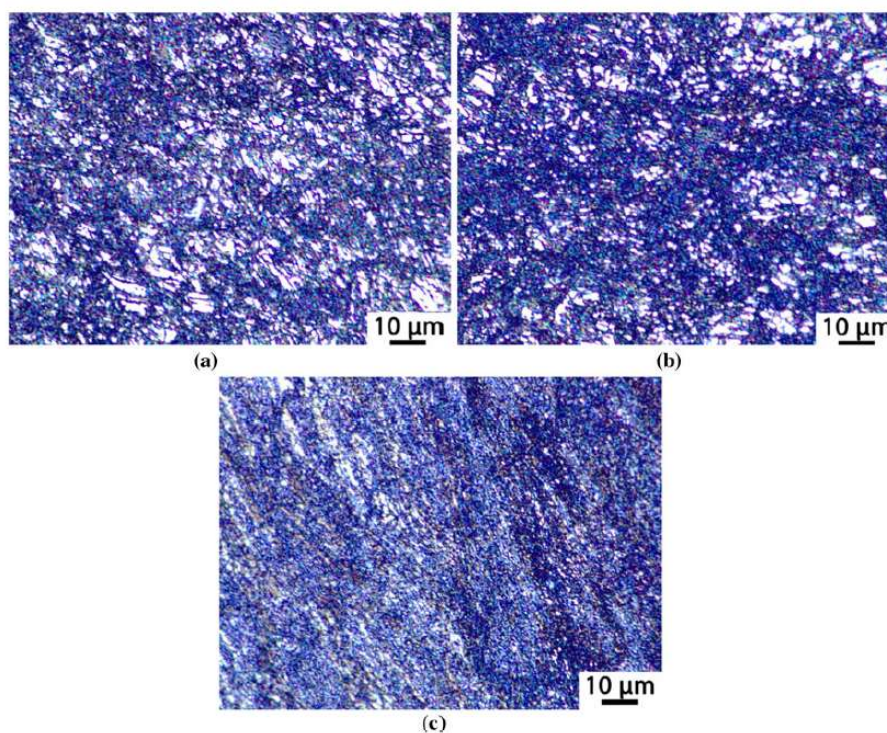
Po popsání efektů HTP při pokojové teplotě na hořčík, jenž byl zpracován a připraven dvěma základními postupy, tedy odlitý a tvářený se podíváme na vliv zvýšení teploty procesu HPT na hořčík a jeho slitiny. Je předpokládáno, že po náhlém nárůstu tvrdosti dojde k její saturaci. Předpoklad, proč se toto děje počítá se zvýšeným zotavováním materiálu při vysoké defektní hustotě. Z tohoto důvodu bude tvrdost, na které materiál saturuje závislá na procesní teplotě. Jednou z výhod metody HPT je možnost ji použít u hořčíku i za pokojové teploty. Z tohoto důvodu byl mezi vzorky zařazen vzorek reprezentující pokojovou teplotu. Vzorky užívané v tomto experimentu jsou slitina hořčíku AZ31, tedy slitina hořčíku obohacená o 3 % Al a 1 % Zn. Vzorky byly připraveny protlačováním s původní mikrotvrdostí v okolí 55Hv. Teplota procesu HPT, kterému byly vzorky podrobeny, byla nastavena na 296,373 a 473 K při hydrostatickém tlaku 6GPa a rychlosti otáček spodní kovadliny 1rpm. Prvním hodnoceným faktorem byla velikost zrn, jež byla u každého vzorku měřena ve středu vzorku, v polovině rádiu vzorku a na okraji vzorku. Naměřené výsledky jsou zaneseny v tab. 4-2 [35].

Tab. 4-2 Průměrné velikosti zrn v závislosti na teplotě a počtu otáček procesu HPT [35]

AZ31 Původní zrno ~10μm	Střed vzorku	1/2 poloměru vzorku	Okraj vzorku
296 K=23 °C			
1 otáčka	1,4±0,1	1,2±0,2	0,9±0,1
5 otáček	1,2±0,2	1,0±0,2	0,9±0,1
373 K=100 °C			
1 otáčka	1,2±0,4	1,1±0,2	0,8±0,2
5 otáček	1,1±0,1	0,9±0,2	0,8±0,1
473 K=200 °C			
1 otáčka	2,1±1,2	1,2±0,5	1,0±0,4
5 otáček	4,2±1,4	2,6±0,5	2,3±0,5



Obr. 4-9 Závislost velikosti zrna na pozici měření, počtu otáček a teplotě procesu [35]



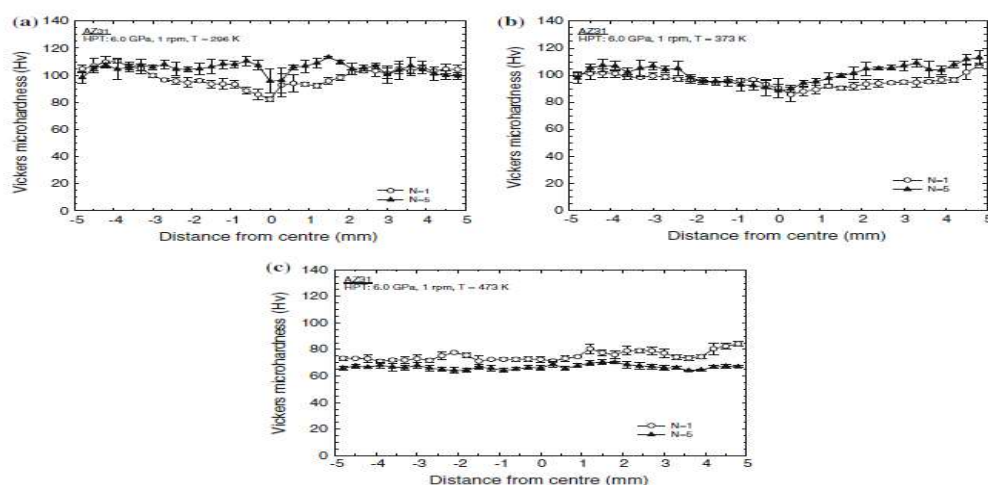
Obr. 4-10 Mikrostruktury AZ31 po HPT za pokojové teploty po jedné otáčce v a) středu disku, b) polovině poloměru a c) na okraji disku [35]



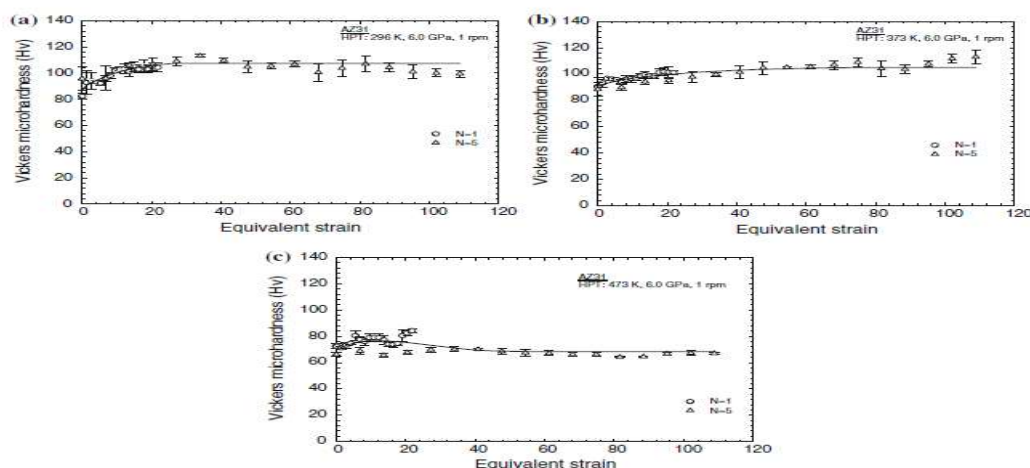
Vstupní průměrná velikost zrna, jež byla 10  $\mu\text{m}$  prošla během procesu zásadním zmenšením. Vzorek po procesu za pokojové teploty vykazuje bimodální rozložení velikosti zrn, kdy většina zrn dosahuje UFG velikostí, ovšem ve struktuře se vyskytuje i malý podíl zrn mikrometrové velikosti. Podíl těchto mikrometrických zrn klesá s rostoucí vzdáleností od středu vzorku dále se s rostoucí vzdáleností také snižuje velikost jak mikrometrických, tak UFG zrn. Průměrná velikost zrn ve středu dosáhla hodnoty 1,4  $\mu\text{m}$ , zatímco zrna na okraji disku dosáhly hodnota 0,9  $\mu\text{m}$ . Tento vývin je pozorován na obr. 4-10. Ve středu disku je také pozorovatelné dvojčatění u mikrometrických zrn. Po pěti otáčkách vykazuje vzorek zpracováváný za pokojové teploty podobnou bimodální strukturu, ovšem oba typy zrn podstupují zjemnění ve středu vzorku a v půlce rádiusu, ovšem zrna na okraji disku nevykazují významné zjemnění oproti jedné otáčce. Z toho usuzují, že deformace na okrajích disku dosáhne hodnoty pro saturaci velikosti zrn již po jedné otáčce. Vzorek zpracován za zvýšené teploty 373 K vykazuje podobné chování jako vzorek zpracováváný za pokojové teploty. Jediný pozorovatelný rozdíl je menší výsledné zrno na okraji disku dosahující hodnoty 0,8  $\mu\text{m}$ , tato velikost se ovšem také stabilizuje již po jedné otáčce. Za nejvyšší zkoumané teploty procesu, jež byla nastavena na 473 K, byly na struktuře pozorovány různorodější rozložené velikosti zrn s podstatně hrubšími zrny v blízkosti středu disku dosahujícími průměrné velikosti 2,1  $\mu\text{m}$  (tab. 4-2).

Po pěti otáčkách za dané teploty 473 K ovšem došlo k naměření zásadně větších velikostí zrn, kdy hodnoty ve středu dosahovaly hodnot 4,2  $\mu\text{m}$  a na okraji 2,3  $\mu\text{m}$ . Jak na kraji, tak ve středu disku došlo ke dvojnásobnému zvětšení průměrné velikosti zrn vlivem průběhu procesu HPT. Tyto výsledky jsou značně jiné než při nižších teplotách, kdy došlo ke zmenšení a zachování velikosti zrn až na submikrometrickou úroveň.

Dalším krokem zkoumání vlivu teploty procesu HPT na výsledky je porovnání výsledných struktur s hodnotami mikrotvrdosti. Vývoj mikrotvrdostí v závislosti na vzdálenosti od středu vzorku je vidět na obr. 4-11, zatímco závislost mikrotvrdosti na poměrném přetvoření je na obr. 4-12 [35].



Obr. 4-11 Závislost mikrotvrdosti na vzdálenosti měření od středu pro a) 296 K, b) 373 K a c) 473 K [35]



Obr. 4-12 Závislost mikrotvrdosti na přetvoření pro a) 296 K, b) 373 K a c) 473 K [35]

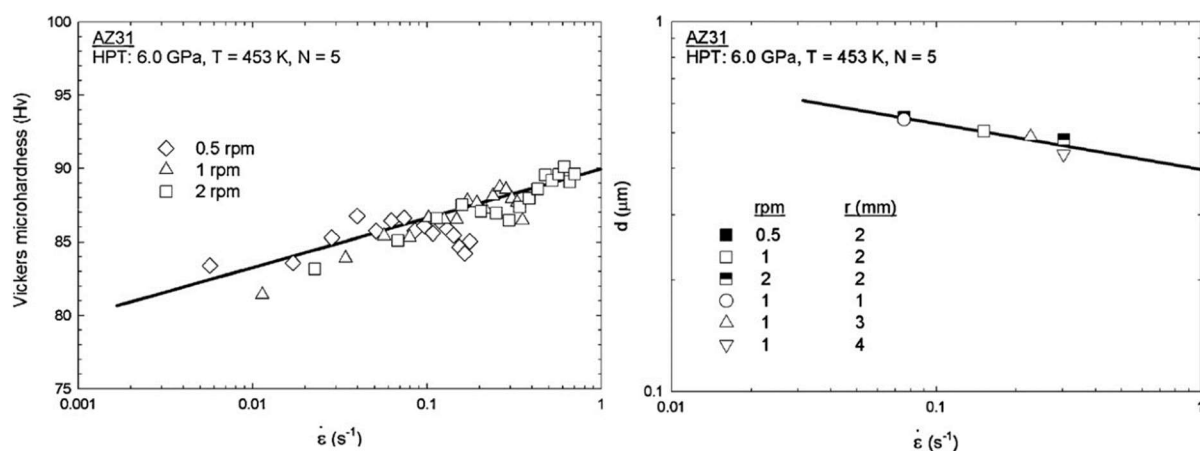
Při porovnání dat zobrazených v grafu (obr. 4-11) pro 296 K a 373 K můžeme vidět podobný průběh kdy je tvrdost po pěti otáčkách nepatrně větší než tvrdost po jedné otáčce.

Tento efekt můžeme přiřadit zmenšení zrna po pěti otáčkách zejména ve středu disku a v polovině poloměru disku. Zatímco na okrajích disků, kde další zjemnění zrna nebylo výrazné je hodnota mikrotvrdosti po jedné a pěti otáčkách srovnatelná. Ve středu disků vidíme jistý propad mikrotvrdosti při teplotách jak 296 K, tak 373 K, což může být následkem strukturních nehomogenit ve středu disku. U zpracování za 473 K ovšem vidíme pokles mikrotvrdosti po 5 otáčkách oproti jedné otáčce, což můžeme zdůvodnit zásadním růstem zrn během procesu.

Po pěti otáčkách dosahuje mikrotvrdost po procesu za 473 K značné homogenity vzhledem ke vzdálenosti od středu. Vliv teploty na průběh procesu se zdá být zásadní. Při pokojové teplotě dochází ke značnému zjemnění zrna, které je přítomné i za teploty 373 K ovšem při teplotě 473 došlo k nárůstu velikosti zrna během procesu vedoucímu k negativnímu ovlivnění vlastností a znehodnocení účinnosti procesu. Závislost mikrotvrdosti na přetvoření na obr. 4-12 koreluje se závislostí mikrotvrdosti na vzdálenosti od středu. Opět je patrná podobnost křivek pro 296 K a 373 K, kdy ještě nedochází vlivem teploty k růstu zrna, zatímco za teploty 476 K již vidíme odlišný trend. Při nižších teplotách mikro-tvrdost roste pro malá přetvoření a následně se při vyšších přetvořeních dostane na hodnotu mikro-tvrdosti ustálenou na 105 Hv jak při teplotě 296 K, tak při 373 K. Stejná hodnota ustálené pevnosti ukazuje na podobnou rychlost regenerace materiálu při těchto teplotách. Při teplotě 476 K, vidíme že teplota vykazuje jisté maximum, po kterém klesne na ustálenou hodnotu 70 Hv. Toto může být vysvětleno nahromaděním dostatečného množství defektů v materiálu jež spustí dynamickou rekrytalizaci, vedoucí k poklesu mikrotvrdosti na ustálenou hodnotu. Experiment popsany v přilehlých odstavcích byl prováděn na slitině hořčíku AZ31, ovšem podobné ovlivnění očekávám u komerčně čistého hořčíku vzhledem k jeho homologické teplotě [35].

### 4.3. Vliv rychlosti otáček

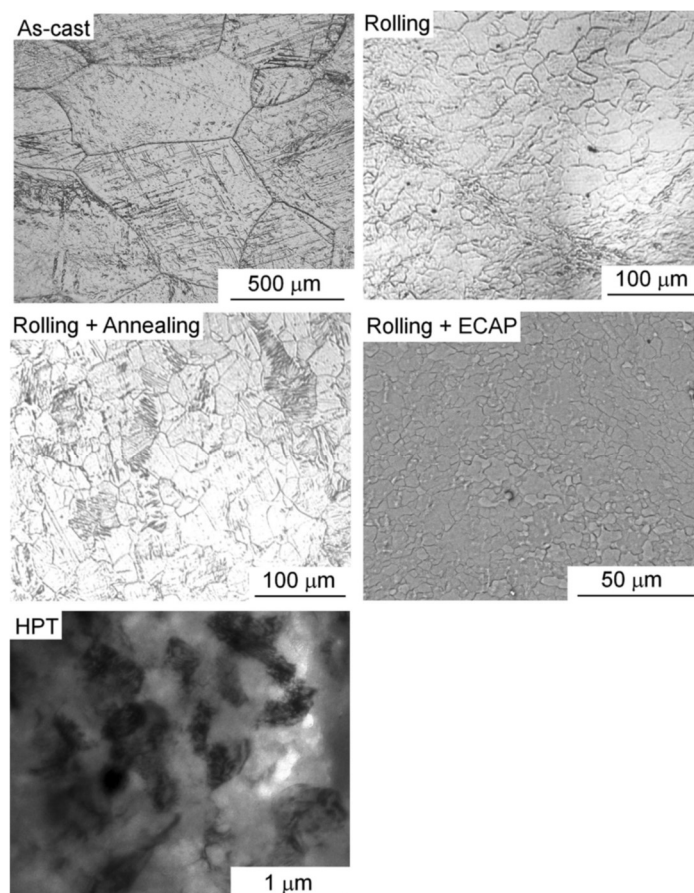
Pro tutéž slitinu AZ31 (Mg-3 wt% Al 1 wt% Zn) byl také proveden výzkum [37] vlivu rychlosti otáček, přepočítaný na rychlost přetvoření na výslednou mikrotvrdost a velikost zrna. Vstupní materiál ve stavu protlačeném byl vystaven procesu HPT po 5 otáček za teploty 180 °C a při hydrostatickém tlaku 6 gigapascal. První vzorek byl vystaven půl otáčce za minutu, druhý jedné otáčce za minutu a třetí dvěma otáčkám za minutu. Z následného měření vyplynulo že s narůstající rychlostí otáček u daného materiálu mikrotvrdost roste, zatímco průměrná velikost zrna lehce klesá (obr. 4-13). Aplikovatelnost těchto výsledků na čistý hořčík je diskutabilní [37].



Obr. 4-13 Vliv rychlosti otáček HPT procesu na mikro-tvrdost a průměrnou velikost zrn [37]

#### 4.4. Vliv procesu HTP na rychlost koroze hořčíku

Vzhledem k předpokládanému budoucímu užití materiálů pro biodegradabilní aplikace již byl studován vliv procesů SPD na korozní vlastnosti jak čistého hořčíku, tak materiálů na bázi hořčíku. V této diplomové práci se zabýváme zejména vlivem SPD na mechanické vlastnosti a mikrostrukturu materiálů na bázi Mg. Ovšem výzkum vlivu metody HPT na práškové materiály by mohl směřovat směrem biodegradabilních materiálů. Proto se v tomto odstavci budeme zabývat vlivem metody HPT na korozní rychlost a biokompabilitu komerčně čistého hořčíku. V článku [2] byl použit komerčně čistý odlévaný hořčík, jenž byl zpracován metodou HPT za tlaku 6 GPa a deseti otáčkách. Další část odlévaného materiálu byla vystavena válcování za teploty 400 °C. Část válcovaných vzorků byla žíhána po dobu jedné hodiny za teploty 400 °C. Druhá část válcovaných vzorků byla zpracována čtyřmi průchody metodou ECAP při úhlu 135° za teploty 200 °C. Po každém průchodu byl vzorek otočen o 180°, tedy dle ECAP terminologie cestou C. Poslední část válcovaných vzorků byla zkoumána ve stavu po válcování. Nejjemnější mikrostruktury bylo dosaženo u vzorků zpracovaných metodou HPT (obr. 4-14) [2].

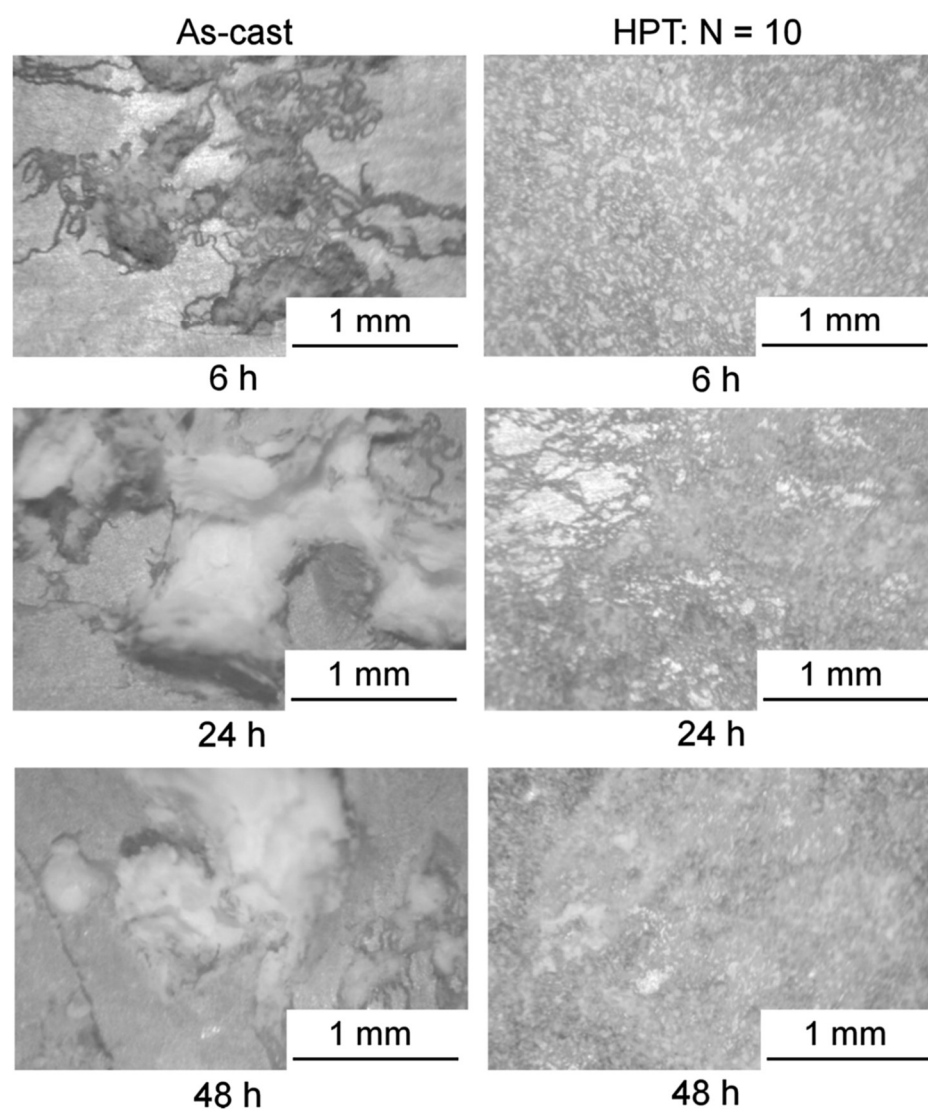


Obr. 4-14 Mikrostruktura komerčně čistého hořčíku zpracovaná různými metodami [2]

V průběhu experimentů bylo ukázáno, že hořík pro všechna zkoumaná zpracování nevykazoval cytotoxické chování v cytotoxických MTT testech. Nejzajímavější výsledek z našeho hlediska je vliv SPD procesů (HPT, ECAP) jež jak se ukázalo, zlepšují korozní chování hoříku, zejména ve vodném roztoku NaCl 3,5 wt%. Výsledky ukazují vyšší odolnost vzorků zpracovaných metodami SPD proti pittingu. Vzorky zpracované rolováním vykazují lokalizovanou korozi, zatímco vzorky zpracované metodami SPD vykazují homogenněji rozloženou korozní vrstvu [2].

### CP-Mg

Immersed in 3.5 wt.% NaCl solution

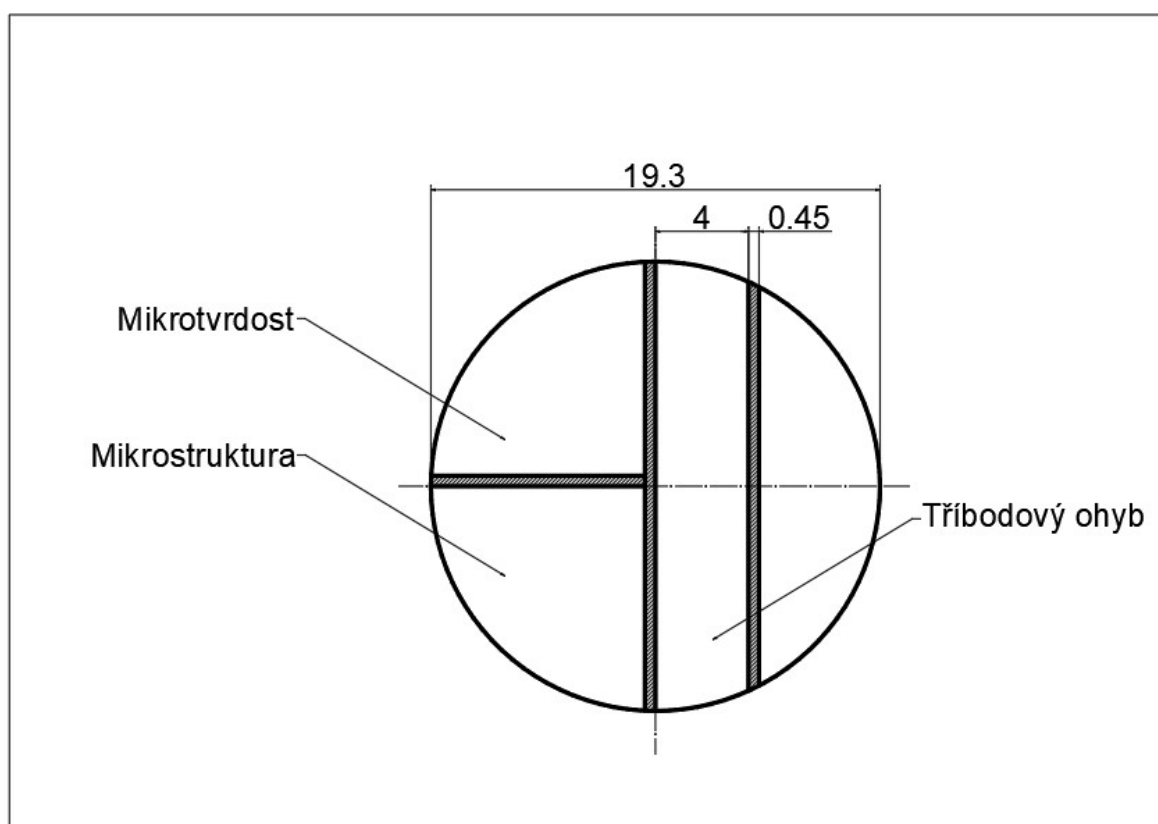


Obr. 4-15 Průběh koroze u odlévaného materiálu a materiálu zpracovaného HPT [2]

## 5. Praktická část

### 5.1. Metodika a použítá experimentální zařízení

Experimentální i základní materiál byl zkoumán metodami zaměřenými na vývoj mikrostruktury a mechanických vlastností vzorku v závislosti na parametrech experimentu. Mikrostruktura byla pozorována pomocí světelné a elektronové mikroskopie. Sledování změn mechanických vlastností spočívalo v pozorování vývoje mikrotvrdosti na axiálním řezu. Dále byla provedena zkouška tříbodovým ohybem. Dělení vzorků experimentálního materiálu probíhalo dle schématu na obr. 5.1. pomocí rozbrušovací pily Brillant 220.



Obr. 5-1 Schéma zobrazující dělení vzorku

Vzorky k hodnocení mikrostruktury a mikrotvrdosti byly zalévány za studena v akrylátové pryskyřici. Z důvodů nízké rekrystalizační teploty čistého hořčíku by mohlo lisování za tepla ovlivnit výsledky. Vzorky byly broušeny na poloautomatické brusce Struers Pedemin DAP-7. Vzorky byly zprvu broušeny brusnými kotouči o zrnitosti 800 a 1200 po dobu 20-30 s a chlazený pomocí vody. Následně byly broušeny kotoučem o zrnitosti 2400, kde byl pro oplach použit isopropanol z důvodů minimalizace oxidace povrchu. Následně byly vzorky mechanicky leštěny na leštících plátnech při použití past o střední velikosti zrn  $3\text{ }\mu\text{m}$ ,  $1\text{ }\mu\text{m}$  a  $0,25\text{ }\mu\text{m}$ . Použité smáčedlo bylo na bázi emulze oleje a vody. K oplachu byl opět používán isopropanol.



Pro pozorování na světelném mikroskopu byly vzorky leptány 2% nitalem. Následně byl pro metalografické hodnocení použit světelný mikroskop Olympus PMG3 a Olympus GX51. Pozorování světelným mikroskopem při malých zvětšeních (50x, 100x, 200x) bylo užito zejména ke zjištění obecného přehledu struktury a charakterizaci nezpracovaných vzorků. Po počátečním pozorování struktury v naleptaném stavu následovalo pozorování na elektronovém mikroskopu metodou EBSD.

K pozorování metodou EBSD byl použit elektronový mikroskop Zeiss ULTRA PLUS s detektorem sekundárních elektronů typu Everhart-Thornley a čtyřkvadrantovým polovodičovým detektorem zpětně odražených elektronů umístěným na pólovém nástavci a detektorem EDX X-max od společnosti Oxford Instruments. První vzorky byly na elektronovém mikroskopu pozorovány v naleštěném stavu. Vzhledem k interferenci způsobené deformovanou vrstvou na povrchu vzorku byly vzorky leptány 2% nitalem. Analýza EBSD byla použita pro zjištění velikosti zrn, jejich orientaci a homogenitě rozložení jejich velikostí. Vzorky byly pozorovány při napětí 10 kW. Hranice zrn byla určena tehdy, když úhel misorientace dosáhl dvou stupňů.

Mikrotvrdost na axiálním řezu byla měřena metodou dle Vickerse se zatížením 0,2 kg dle normy ČSN EN ISO 6507-1. Měření bylo prováděno na přístroji Qness Q10 a vyhodnocováno pomocí přiloženého programu Qpix Control 2. Vzorky byly měřeny od středu směrem k okraji. Délka mapy odpovídá poloměru vzorku.

Vzorky na tříbodový ohyb byly s rozměry 4x4-19 mm. Zkouška byla prováděna na zařízení Zwick Z020 dle normy ČSN EN 7438. Vzdálenost podpěr je 16 mm a poloměr trnu je 2,5mm.

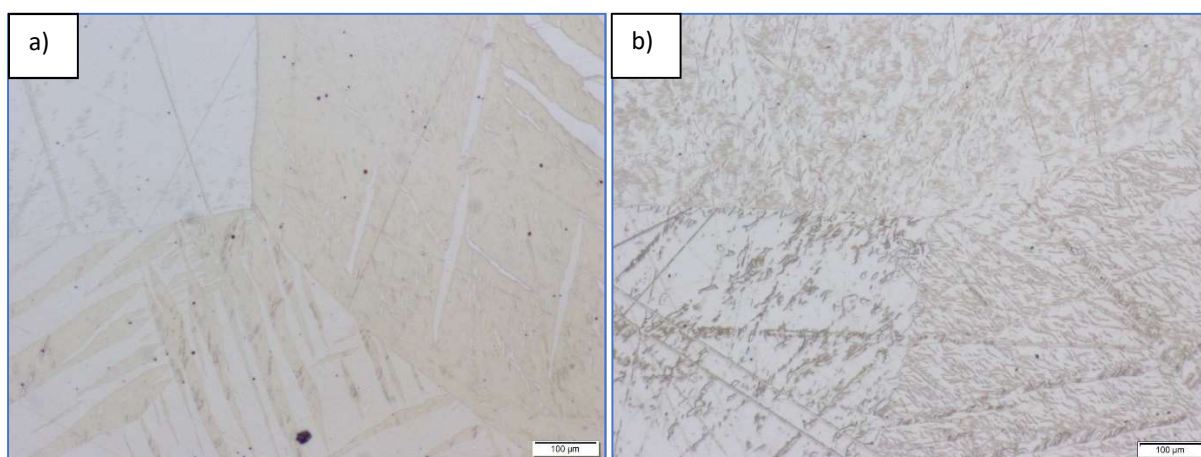
## 5.2. Základní materiál

Jako základní materiál byl použit komerčně čistý hořík připravený dvěma postupy. První část vzorků byla připravena odléváním, druhá část prošla tvářecím procesem protlačování. Z obou vzorků byla následně pomocí technologického procesu obrábění připravena tyč o průměru 19,7 mm. Každá ze dvou tyčí byla rozřezána na vzorky o tloušťce  $10^{+0,1}_{-0,1}$  mm pomocí rozbrušovací metalografické pily Brillant 220. Značení základního materiálu je uvedeno v tab. 5-1

Tab. 5-1 značení základního materiálu

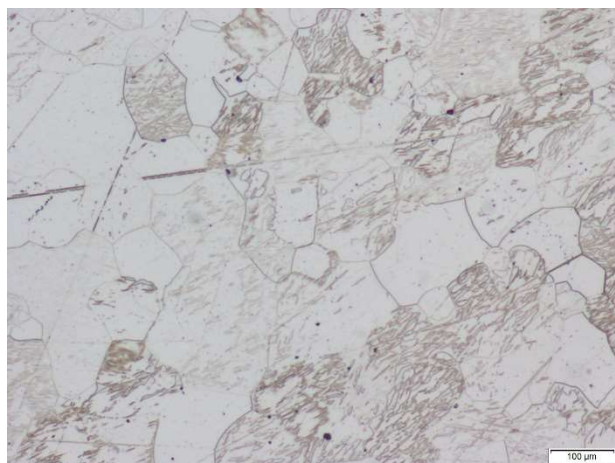
Materiál	Litý	Tvářený
Značení	C0	W0

Základní materiál byl podroben metalografické analýze pro určení velikosti zrn. Pro leptání základního materiálu byla použita kyselina pikrová. Po zhodnocení zvýrazněné struktury byla kyselina pikrová nahrazena dvouprocentním nital, tedy roztokem kyseliny dusičné a ethanolu. Na obr. 5-2 je struktura základního litého materiálu. U vzorku leptaném kyselinou pikrovou jsou výrazná dvojčata. U vzorku leptaného pomocí nitalu jsou výraznější hranice zrn. Z tohoto důvodu byl pro následující leptání používán nital. Materiál se vyznačuje zrny o velikosti 1330  $\mu\text{m}$ .



Obr. 5-2 Mikrostruktura vzorku C0 a) leptaný kyselinou pikrovou b) leptaný nital

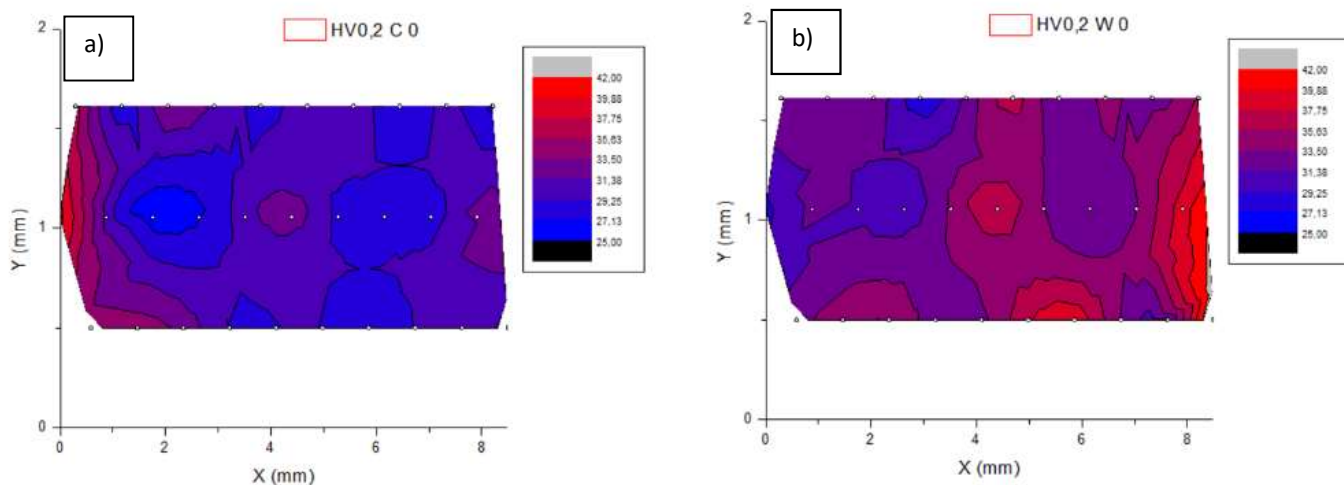




Obr. 5-3 Mikrostruktura vzorku W0

Na obr. 5-3 byla zachycena struktura základního tvářeného materiálu. Průměrná velikost zrna je 19  $\mu\text{m}$ . Ve struktuře je velké množství zrn obsahujících deformační dvojčata.

Na axiálním řezu základních materiálů bylo provedeno plošné měření mikrotvrdosti. Mapy (obr. 5-4) vykazují výrazné oblasti s nízkým rozptylem hodnot mikrotvrdosti. Mapy vykazují i místa se značně navýšenými hodnotami mikrotvrdosti. Průměrná tvrdost litého vzorku je 30,3HV 0,2. Průměrná mikrotvrdost vzorku tvářeného je 33,9 HV 0,2 (tab. 5-2).



Obr. 5-4 Průběh mikrotvrdosti na axiálním řezu vzorku a) C0 b) W0

Tab. 5-2 Průměrné mikrotvrdosti nezpracovaných vzorků

Vzorek	Průměrná mikrotvrdost HV0,2	Směrodatná odchylka
C0 litý nezpracovaný vzorek	30,3	3,2
W0 tvářený nezpracovaný vzorek	33,9	3,5

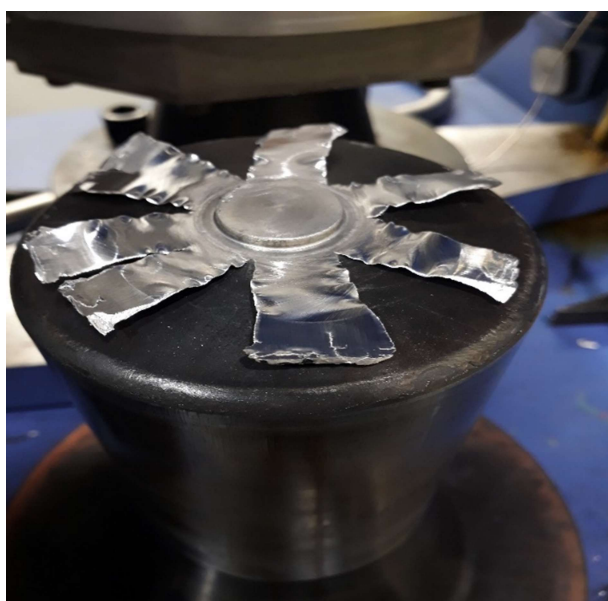
### 5.3. Návrh experimentu

Cílem experimentu je zjistit závislost struktury a vlastností hořčíkového materiálu připraveného různými metodami na parametrech nastavení procesu HPT. Tento proces, jak bylo popsáno výše, má 4 nastavitelné parametry, a to smykovou deformaci, rychlost smykové deformace, tlakové napětí a teplotu, při níž je proces prováděn. Na základě teoretické studie problému byl zvolen jako proměnný parametr počet otáček. Vzorky byly vystaveny procesu HPT v rozsahu 1/8 až 8 otáček viz. tab. 5-3. Rychlost smykového napětí je 1 ot/min. Proces probíhal za teploty 24 °C při tlaku 6 GPa.

Tab. 5-3 Značení experimentálního materiálu

Teplota	24 °C					
Rychlost otáček	1 ot/min					
Tlak	6 GPa					
Počet otáček	1/8	1/4	1/2	1	4	8
Odlévaný	C1/8	C1/4	C1/2	C1	C4	C8
Tvářený	W1/8	W1/4	W1/2	W1	W4	W8
Lisovaný	-	-	-	-	-	-
SPS	-	-	-	-	-	-

Vzorek po procesu (obr. 5-5) měl výšku  $5,4^{+0,1}_{-0,1}$  mm a průměr 19,4 mm. Následně byl vzorek připraven na experimentální procedury, jež zahrnovaly zkoušku tříbodovým ohybem a určení mikrotvrdosti podle Vickerse (obr. 5-1). Struktura byla pozorována pomocí světelné a elektronové mikroskopie.

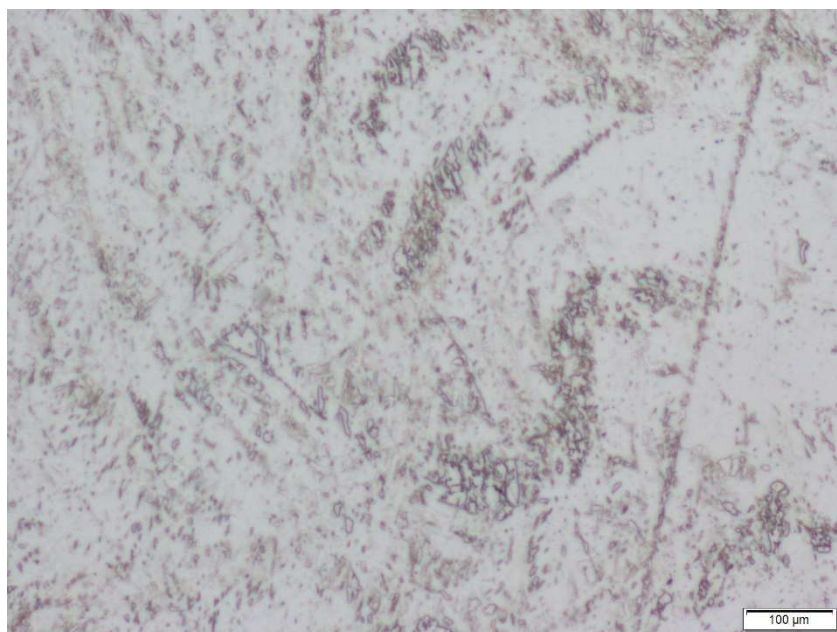


Obr. 5-5 Vzorek po procesu HPT

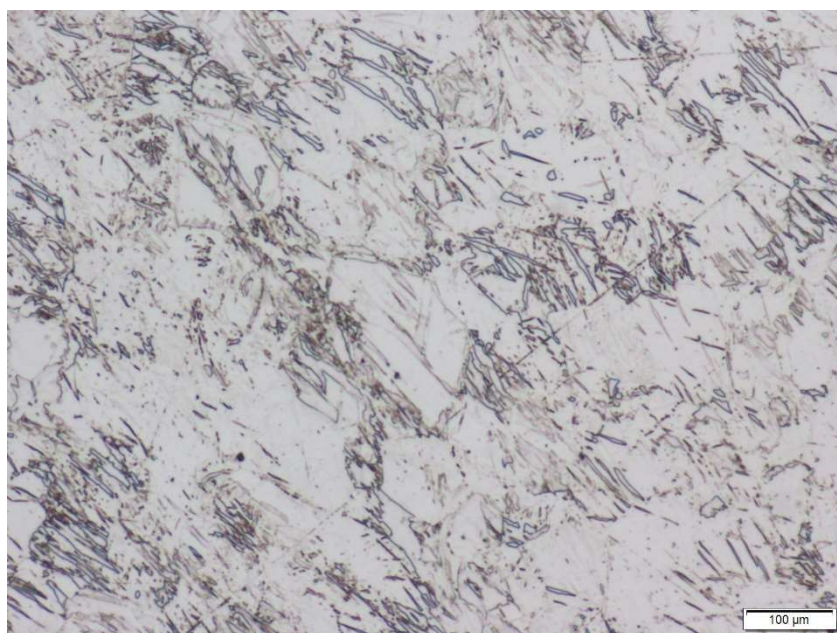
## 5.4. Strukturní rozbor

U struktury vzorku C1/8 (obr. 5-6), při porovnání se základním materiálem obr. 5-2, došlo k podstatnému zjemnění zrna. Na struktuře je patrné bimodální rozložení velikosti zrn. Na struktuře jsou zrna o velikosti jednotek mikronů a zároveň jsou na struktuře velká zrna velikosti desítek mikronů (viz příloha EBSD snímek P1-2).

Na snímku (obr. 5-7) je mikrostruktura tvářeného vzorku po osmině otáčky. Zrna vykazují přednostní orientaci. Struktura vykazuje bimodální charakter, velikost zrn se pohybuje v rozmezí 1  $\mu\text{m}$  až 26  $\mu\text{m}$  (viz příloha EBSD snímek P1-6).



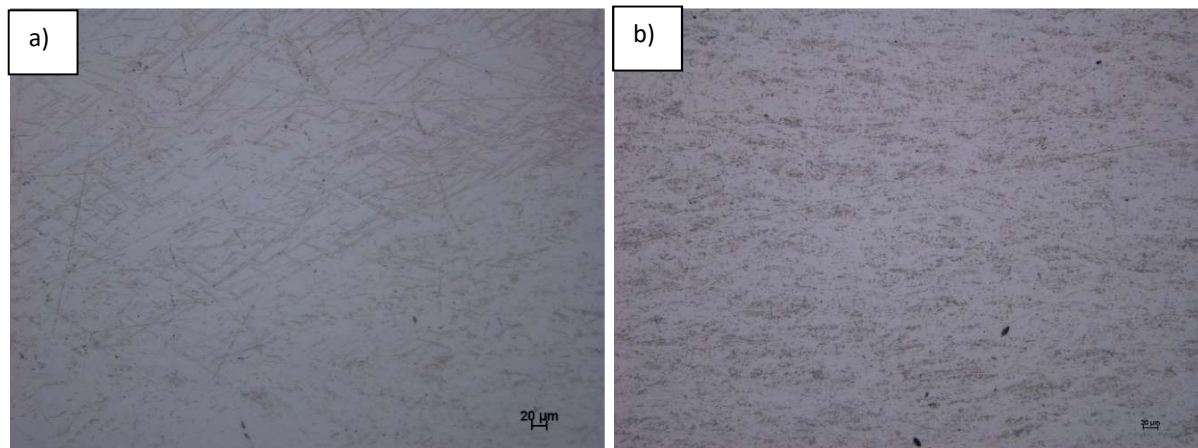
*Obr. 5-6 mikrostruktura vzorku C1/8, středu*



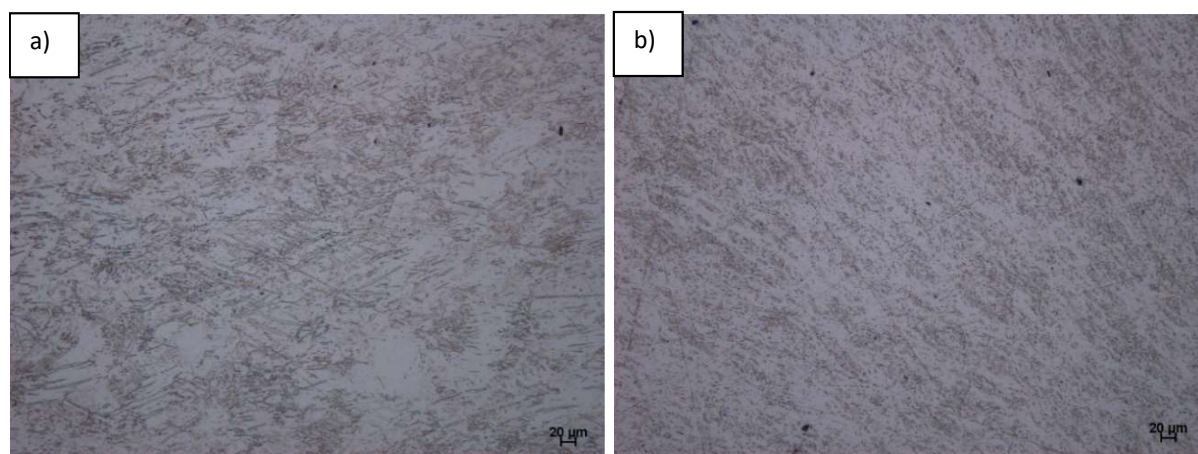
*Obr. 5-7 mikrostruktura vzorku W1/8, střed*



Na obr. 5-8 je porovnání struktury v blízkosti středu a v blízkosti okraje u vzorku C1/4. U středu m množství protáhlých zrn. Směrem ke kraji je vidět množství malých souměrnějších zrn, jež jsou ovšem seřazená v krátkých řadách, což naznačuje že by se mohlo jednat o rozpad dříve dlouhých zrn na zrna menší. Na obr. 5-9 je porovnání středu a okraje u vzorku W1/4. Struktura vykazuje podobný trend rozpadu velkých zrn směrem k okraji.



*Obr. 5-8 mikrostruktura vzorku C1/4 a) střed b) okraj*



*Obr. 5-9 mikrostruktura vzorku W1/4 a) střed b) okraj*

V tab. 5-4 jsou zaneseny průměrné hodnoty naměřených velikostí zrn. Uvedené směrodatné odchylky, vypovídají o homogenitě rozložení velikostí zrn. V tabulce je vynesena velikost nejmenšího a největšího zrna. K největšímu snížení velikost zrna došlo mezi základním materiálem a osminou otáčky. Mezi jednou otáčkou a osmi otáčkami je již pokles velikosti zrn v řádu desetin mikrometrů. Při každém navýšení otáček směrodatná odchylka klesá, což vypovídá klesající rozptyl velikostí zrn. Struktury vzorků jsou v příloze 1 na obr. P1-1 až P1-8 zaznamenané metodou EBSD.

Tab. 5-4 Tabulka průměrných velikostí zrn

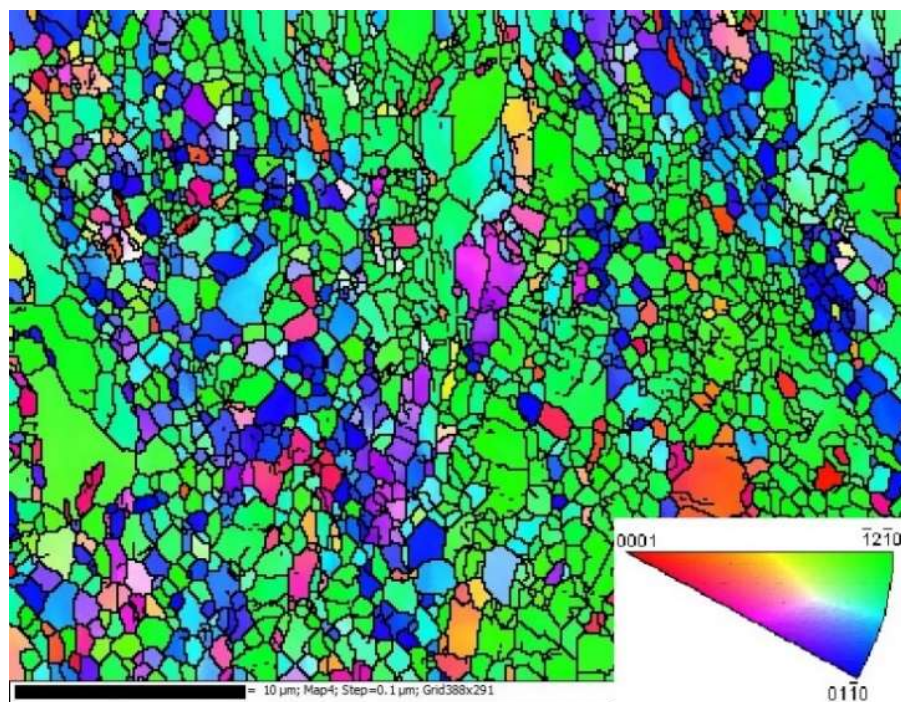
	C0	C1/8	C1	C8	W0	W1/8	W1	W8
Průměrná velikost zrn [ $\mu\text{m}$ ]	1330	2,4	1,1	0,7	19	2,5	0,8	0,8
Směrodatná odchylka [ $\mu\text{m}$ ]	425	1,5	0,6	0,4	17	1,6	0,5	0,4
Nejmenší zrna [ $\mu\text{m}$ ]	604	1,2	0,3	0,2	5	1,1	0,3	0,2
Největší zrna [ $\mu\text{m}$ ]	1681	36,4	5,2	2,4	153	26,4	4,6	3,4

Na obr. 5-10 je orientace zrn pozorována při nejmenším zvětšení. Vzorek nevykazuje přednostní orientaci. Na obr. 5-10, obr. 5-11 a obr. 5-12 je vývoj struktury ze základního litého materiálu po jedné a osmi otáčkách. Po jedné otáčce struktura vykazuje bimodální charakter. Řádově větší zrna vykazují směr  $\langle 12\bar{1}0 \rangle$ . Po osmi otáčkách struktura vykazuje výrazně menší rozptyl velikostí zrn ( $2\ \mu\text{m}$ ) a bimodální charakter je nepozorovatelný.

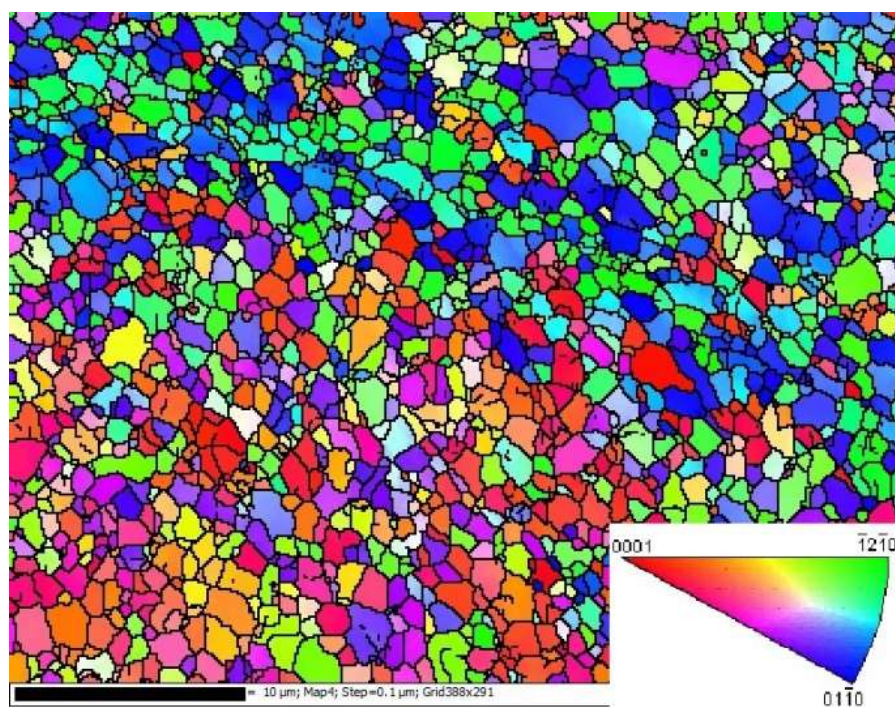


Obr. 5-10 Mikrostruktura a rozložení orientace zrn vzorku C0



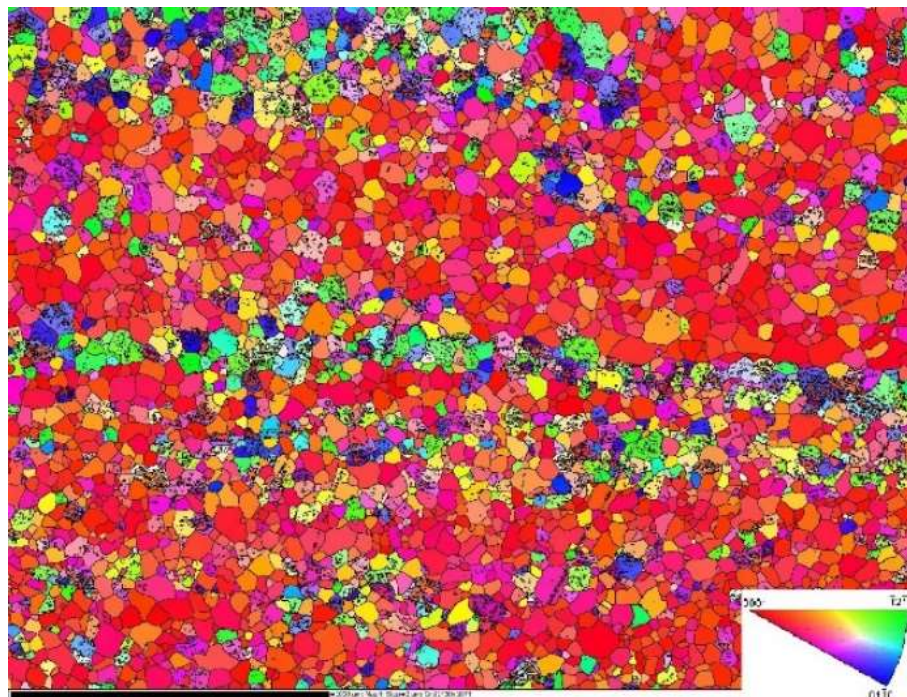


Obr. 5-11 Mikrostruktura a rozložení orientace zrn vzorku C1



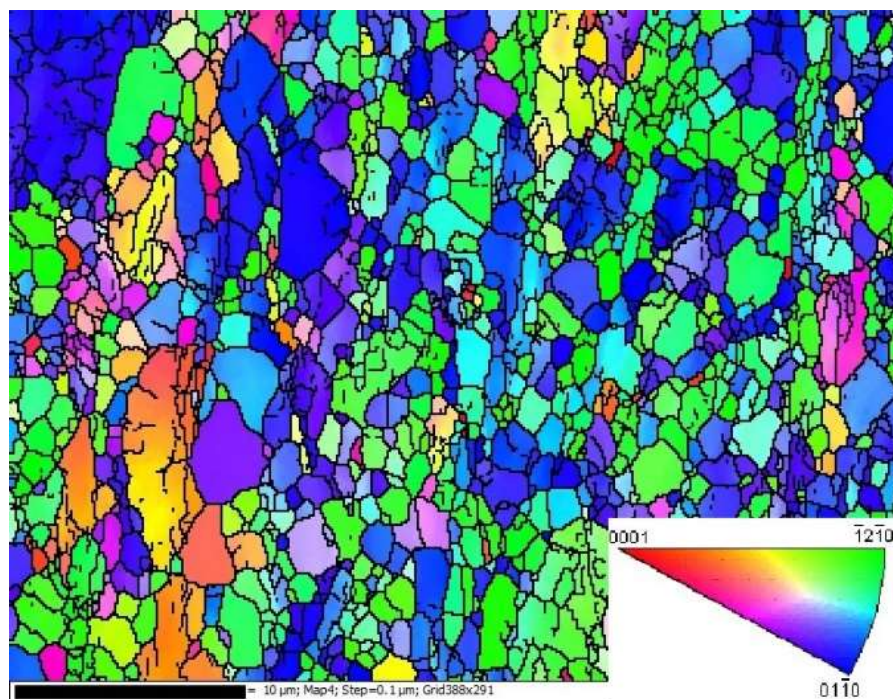
Obr. 5-12 Mikrostruktura a rozložení orientace zrn vzorku C8

Na obr. 5-13, obr. 5-14 a obr. 5-15 je vývoj struktury u tvářeného materiálu. Zrno je u základního tvářeného materiálu podstatně menší ( $18,85\ \mu\text{m}$ ), než u nezpracovaného litého materiálu. Většina zrn u základního materiálu vykazuje směr  $\langle 0001 \rangle$ . Po jedné otáčce se tato přednostní orientace ztrácí a vzniká bimodální struktura. Zrna v řádu jednotek mikrometrů zrna jsou ve směru  $\langle 01\bar{1}0 \rangle$ . Po osmi otáčkách se velikost zrn homogenizovala s rozdílem největšího a nemenšího měřeného zrna přibližně  $3\ \mu\text{m}$ .

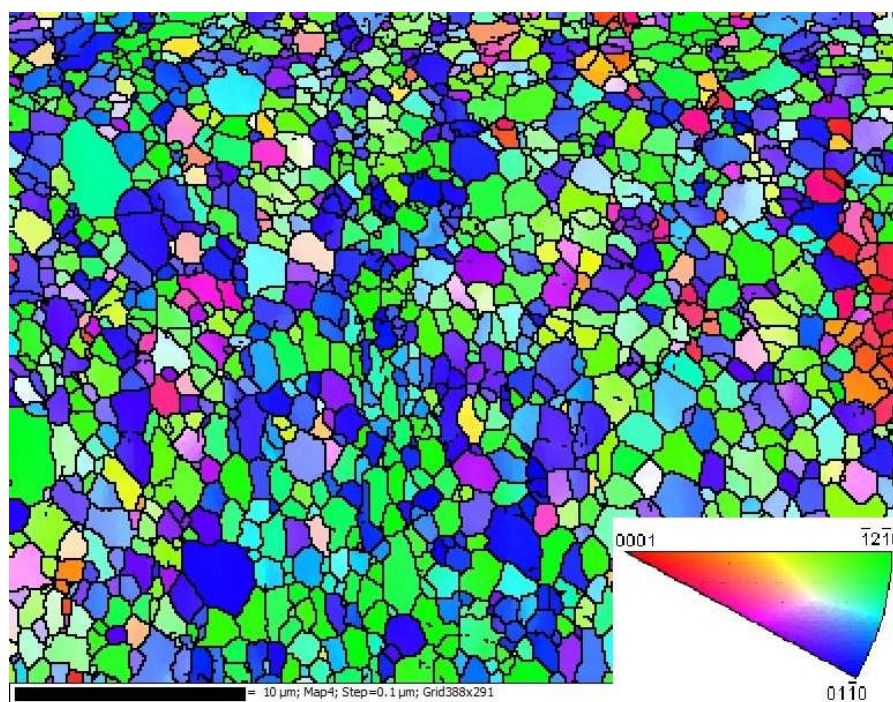


Obr. 5-13 Mikrostruktura a rozložení orientace zrn vzorku W0





Obr. 5-14 Mikrostruktura a rozložení orientace zrn vzorku W1



Obr. 5-15 Mikrostruktura a rozložení orientace zrn vzorku W8

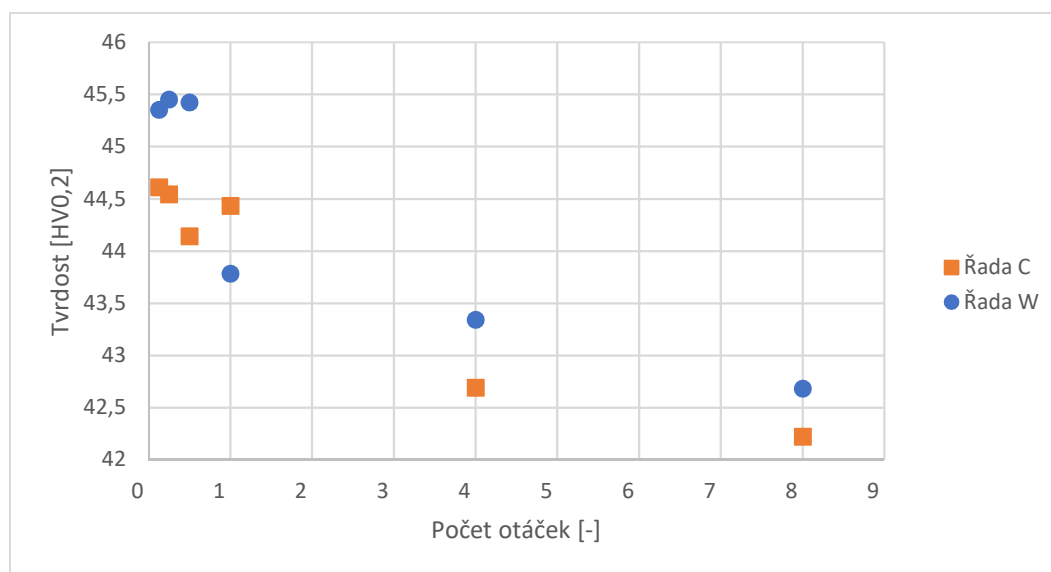


## 5.5. Rozbor mechanických vlastností

Pro další zhodnocení vlivu procesu HPT na materiál byla provedena zkouška mikrotvrdomosti. Detailně byl studován vývoj mikrotvrdomosti vzhledem k počtu otáček, vzdálenosti od středu a vzdálenosti od kovadliny. Průměrné hodnoty jsou zaneseny do tab. 5-5 a vyneseny na obr. 5-16 v závislosti na počtu otáček. Vývoj mikrotvrdomosti na axiálním řezu byl zachycen na obr 5-17 až obr.5-20.

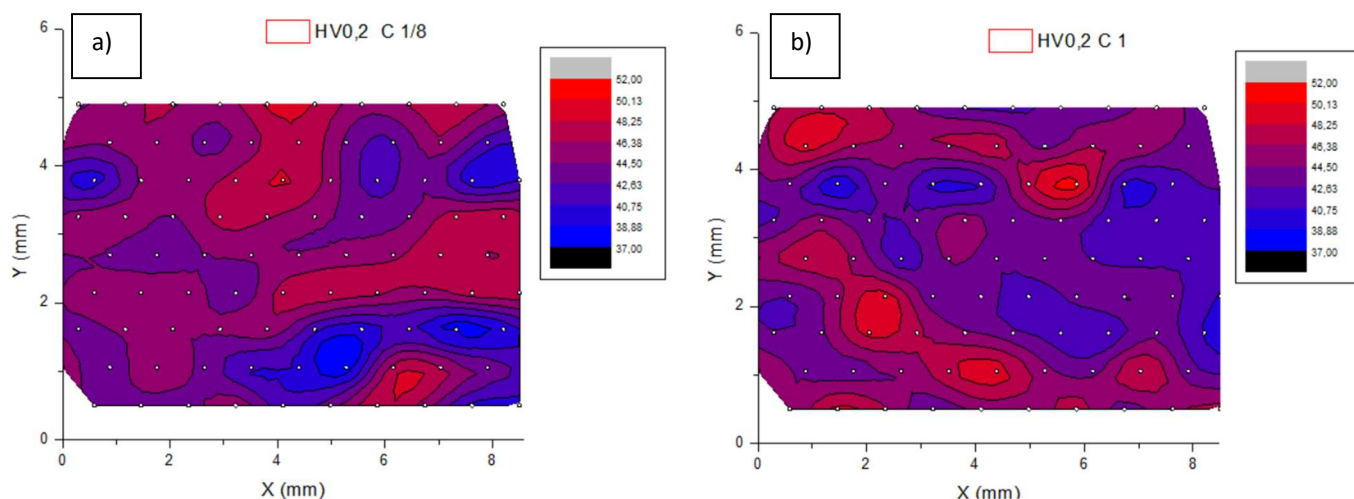
Tab. 5-5 Průměry naměřených hodnot mikrotvrdomosti

Odlité vzorky	C0	C1/8	C1/4	C1/2	C1	C4	C8
Průměrná hodnota	30,3 ±3,2	44,6 ±2,6	44,5 ±2,2	44,1 ±2,8	44,4 ±2,5	42,7 ±1,9	42,2 ±1,7
Tvářené vzorky	W0	W1/8	W1/4	W1/2	W1	W4	W8
Průměrná hodnota	33,9 ±3,5	45,4 ±1,9	45,5 ±1,7	45,4 ±2,2	43,8 ±1,9	43,3 ±2,0	42,7 ±1,7

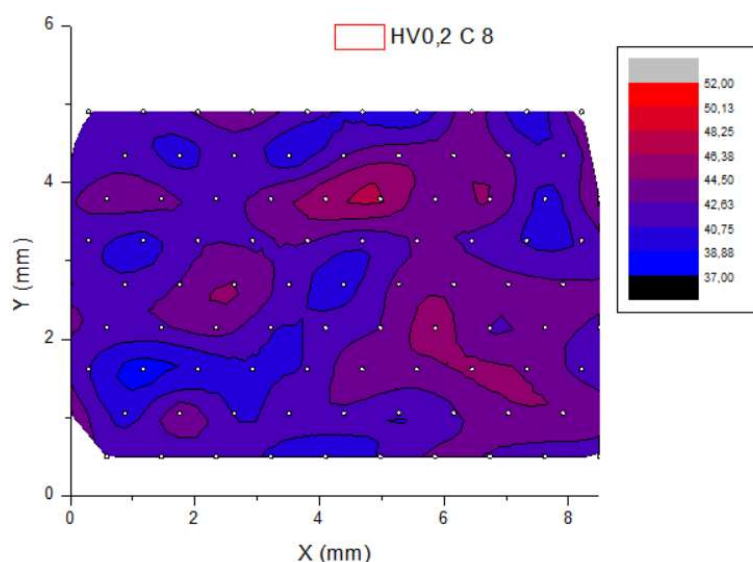


obr. 5-16 Vliv počtu otáček procesu HPT na průměrné tvrdosti vzorků připravených a) odléváním b) tvářením

Největší hodnoty se objevují v údobí do jedné otáčky a pak dochází k poklesu hodnot mikrotvrdomosti o přibližně 3 HV0,2. Tento trend platí jak pro vzorek připravený odléváním, tak pro vzorek tvářený. Pro pozorování map mikrotvrdomosti byly vybrány vzorky zpracované 1/8, 1 a 8 otáčkami procesu HPT

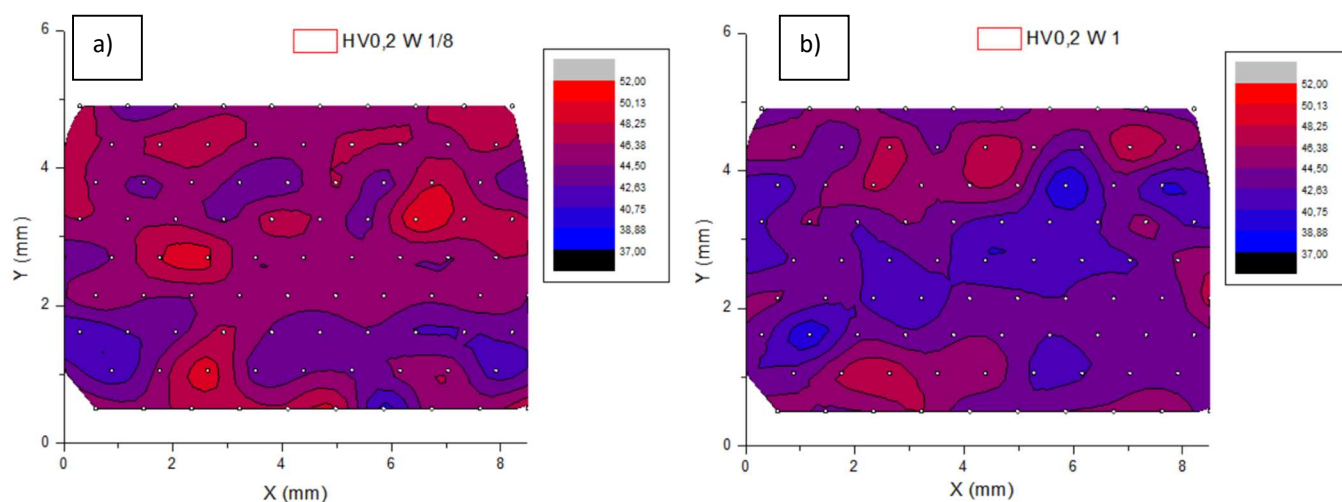


Obr. 5-17 Vývoj mikrotvrdosti na axiálním řezu vzorku a) C1/8 b) C1

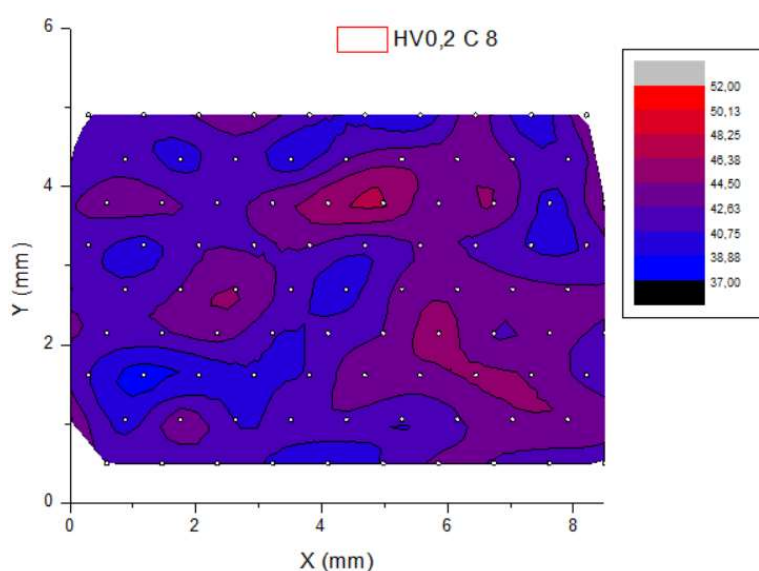


Obr. 5-18 Vývoj mikrotvrdosti na axiálním řezu vzorku C8

Vývoj mikrotvrdosti zachycený na obr. 5-17 a obr. 5-18, ukazuje nárůst tvrdosti vzhledem k základnímu litému materiálu (obr. 5-4). Po 1/8 otáčky došlo k prudkému nárůstu tvrdosti o 14HV0,2. S navyšujícím se počtem otáček procesu HPT dochází ke snižování průměrné mikrotvrdosti 2HV0,2. Při zvyšování počtu otáček HPT klesá směrodatná odchylka naměřených hodnot mikrotvrdosti na axiálním řezu vzorku.



Obr. 5-19 Vývoj mikrotvrdosti na axiálním řezu vzorku a) W1/8 b) W1



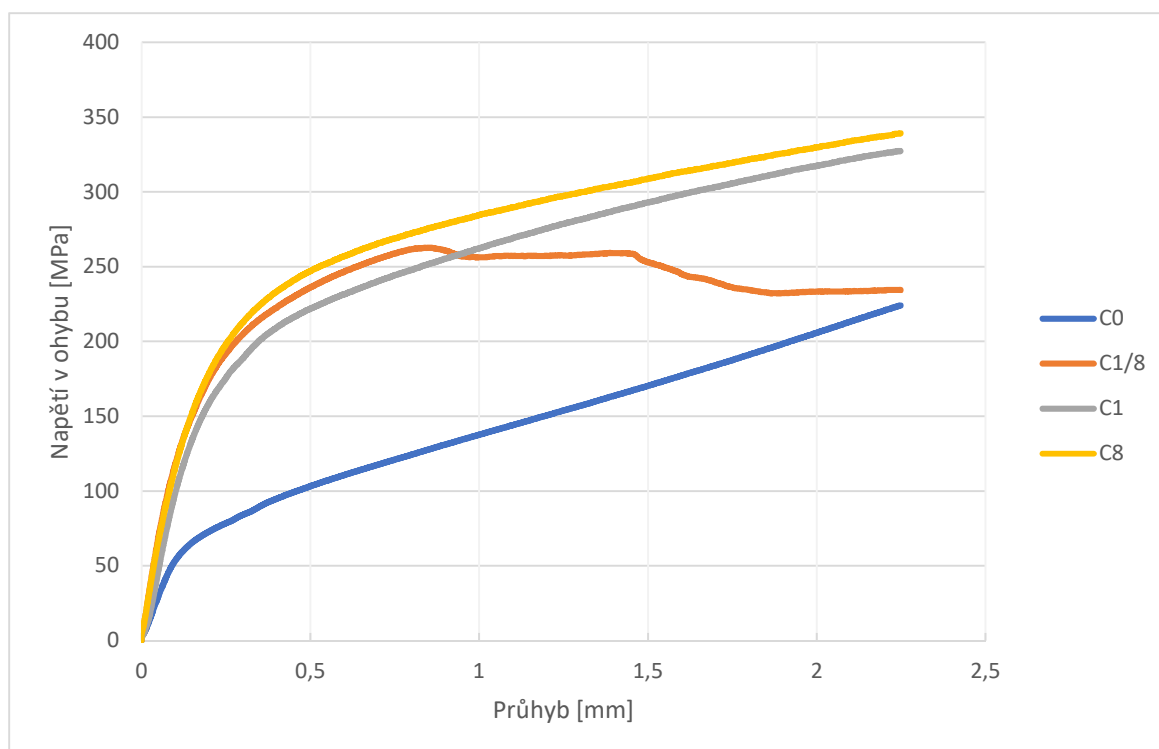
Obr. 5-20 Vývoj mikrotvrdosti na axiálním řezu vzorku W8

U tvářeného vzorku (obr. 5-19 a obr. 5-20) došlo po 1/8 otáčky procesu HPT, k nárůstu o 11,5HV0,2. S navyšujícím se počtem otáček procesu HPT dochází ke snižování průměrné mikrotvrdosti 2HV0,2. Při zvětšování počtu otáček klesá rozptyl naměřených hodnot mikrotvrdosti na axiální řezu vzorku.

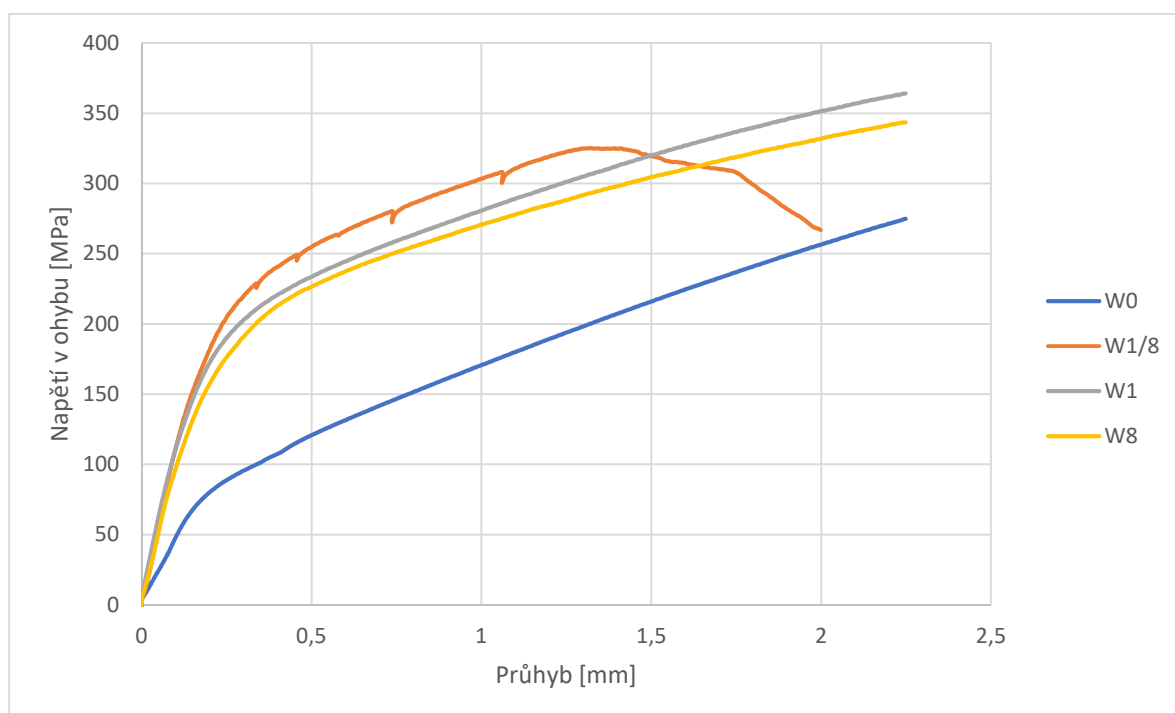
Dalším testem provedeným u všech vzorků byla zkouška tříbodovým ohybem. Cílem bylo zjistit prvotní přehled mechanických konstant experimentálního materiálu. Maximální průhyb dovolený senzorem byl 2,5mm.

*Tab. 5-6 Výsledky provedené zkoušky ohybem*

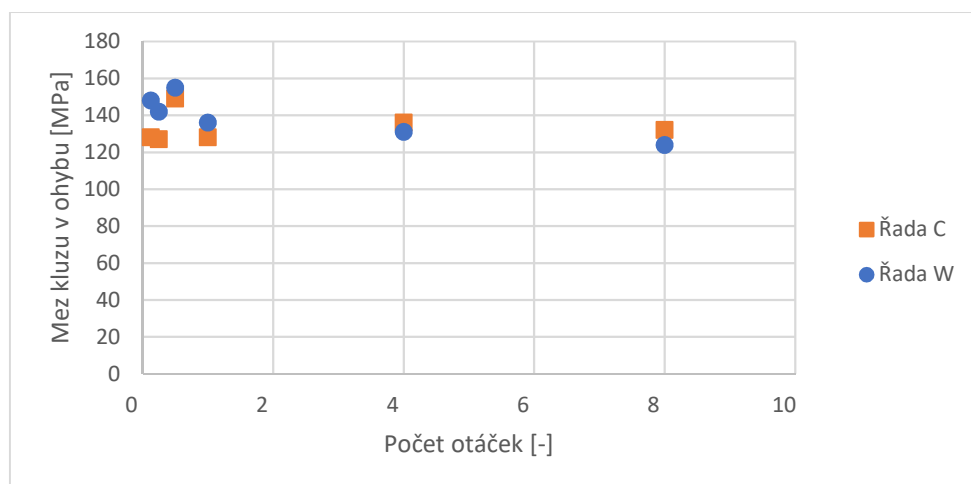
Vzorek	Smluvní mez kluzu v ohybu	Modul pružnosti v ohybu
Odlévané	N/mm <sup>2</sup>	GPa
C0	68	4,5
C1/8	128	14,9
C1/4	127	12,0
C1/2	149	11
C1	128	12,7
C4	136	13,6
C8	132	14,1
Tvářené		
W 0	76	5,11
W 1/8	148	13,7
W 1/4	142	14,6
W 1/2	155	9,0
W 1	136	12,3
W 4	131	13,4
W 8	124	11,5



Obr. 5-21 Záznam měření tříbodového ohybu vzorků připravených odléváním a zpracovaných metodou HPT v rozsahu 1/8 až 8 otáček v porovnání s nezpracovaným materiálem



Obr. 5-22 Záznam měření tříbodového ohybu vzorků připravených tvářením a zpracovaných metodou HPT v rozsahu 1/8 až 8 otáček v porovnání s nezpracovaným materiálem



Obr. 5-23 Mez kluzu v ohybu v závislosti na počtu otáček procesu HPT pro materiál a) odlévaný b) tvářený

Velká část vzorků nedosáhla hodnoty  $\sigma_{mo}$  či  $F_{max}$  s výjimkou vzorku C1, C1/2 a W1. Během testů došlo k nalomení jediného vzorku a to C 1/2. Ostatní vzorky zůstaly plasticky zdeformované (obr. 5-24). Byla určena mez kluzu v ohybu a modul pružnosti v ohybu.

U základního litého materiálu došlo po 1/8 otáčky k nárůstu smluvní meze kluzu o 60 MPa. Úroveň smluvní meze kluzu je po 1 otáčce nezměněná. Po 8 otáčkách je úroveň smluvní meze v ohybu navýšená o 4 MPa.

U základního tvářeného materiálu je nárůst smluvní meze kluzu v ohybu o 72 MPa po 1/8 otáčky. U vzorků zpracovaných 1/8 a 1/4 otáčky pozorován Portevin–Le Chatelierův jev. Při dalším navyšování počtu otáček tento jev vymizel. Po jedné otáčce klesla smluvní mez kluzu o 12 MPa. Po osmi otáčkách klesla smluvní mez kluzu v ohybu o dalších 12 MPa.



Obr. 5-24 Vzorek zdeformovaný po zkoušce tříbodovým ohybem

## 6. Diskuze

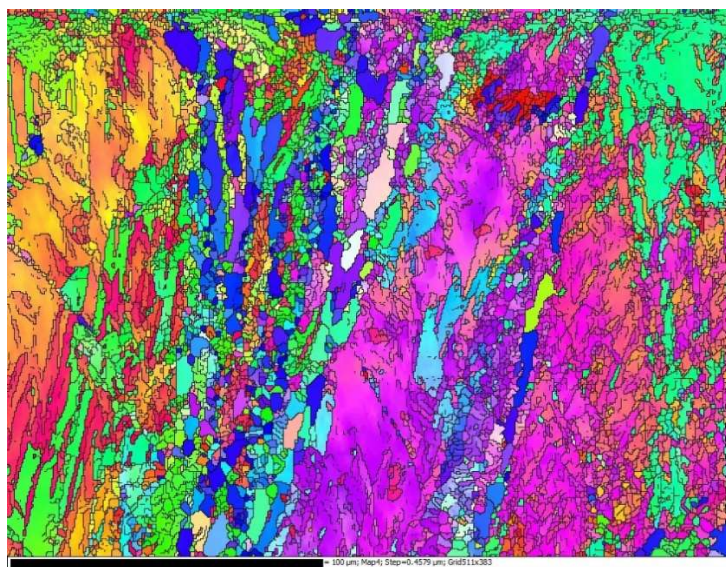
Na základě literární rešerše je patrný vliv výroby základního materiálu na vlastnosti materiálu po následném zpracování metodou HPT. V rešeršní části byl zkoumán vliv základních proměnných procesu HPT (tlak, teplota, rychlost zatížení, deformace) na materiály na bázi hořčíku. V experimentální části byl pozorován vliv počtu otáček na vlastnosti komerčně čistého hořčíku připraveného v litém a tvářeném stavu. Vzorky byly zpracované 1/8, 1/4, 1/2, 1, 4 a 8 otáčkami při pokojové teplotě rychlostí 1 ot/min za současného působení tlaku 6GPa.

Rychlost smykového byla pro naše experimenty konstantní na hodnotě 1 ot/min. Důvodem pro toto rozhodnutí je nízký vliv této veličiny na strukturu v běžně používaném rozmezí [37]. Druhým konstantním parametrem pro všechny experimenty byla teplota, jejíž vliv na průběh byl popsán v teoretické části a je dobře zdokumentován v článku [38] pro objemovou slitinu hořčíku. Předpoklad je, že podstatné zvýšení teploty by mělo za následek růst zrn. Z tohoto důvodu budou experimenty prováděny při pokojové teplotě. Poslední dva parametry, tlak a smykové napětí, jsou na sobě podstatně závislé. Jejich poměr má určující vliv na výsledné natočení zrn v materiálu po procesu HPT. Tento jev je velmi významný zejména u materiálů s hexagonální mřížkou, kde má tato orientace velmi významný vliv na vlastnosti, zejména i díky mechanismům deformace pro jednotlivé směry. Toto bylo zkoumáno pomocí RTG difrakce v článku [33]. Z těchto důvodů určíme tlak jako konstantní hodnotu, proměnnou zůstává smykové napětí. Smykové napětí je závislé na počtu otáček a na vzdálenosti od středu. Experiment vycházel z experimentu popsaném v článku [32], jenž byl uveden v teoretické části. Experiment bude prováděn při stejných podmínkách z důvodů porovnání výsledků.

Zásadní rozdíl mezi experimentem provedeným v článku a v této práci [32] je systematické mapování mikrotvrdosti na axiálním řezu vzorkem, jenž pro čistý hořčík zpracovaný metodou HPT není běžné v rovině rovnoběžné s hydrostatickým tlakem procesu HPT. Dále se pokusíme zhodnotit vliv procesu HPT na mechanické vlastnosti. Zkouška ohybu byla použita pro prvotní zjištění základních mechanických vlastností materiálu. Dále je v plánu rozšířit výsledky na vzorky připravené postupy práškové metalurgie a následně zpracované procesem HPT

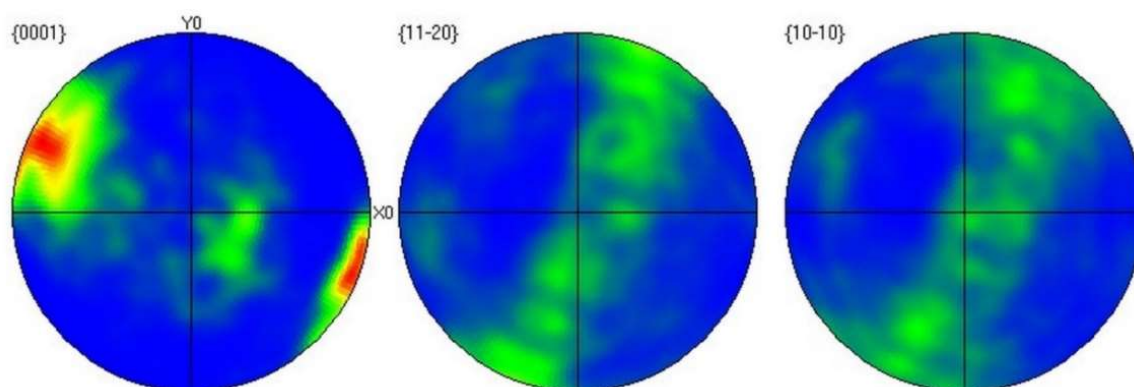


Na vzorcích vyrobených metodami tvářením a litím byla provedena strukturní analýza pro porovnání výrobního vlivu na metodu HPT. Strukturní pozorování prokázalo zmenšování zrna ve středové oblasti vzorku, v souladu s [30-32] a zejména [33]. Pozorování bylo prováděno blízko středu, kde je možné pozorovat zprvu bimodální strukturu. Bimodální charakter byl nejvíce výrazný po 1/8 otáčky. Dle zde uvedených výsledků tento charakter přetrvává do jedné otáčky s rozptylem velikostí zrn  $\sim 5\mu\text{m}$  u litého a  $\sim 5\mu\text{m}$  u tvářeného materiálu. Neexistuje ostrý přechod mezi bimodální a homogenní strukturou. Po jedné otáčce procesu HPT zrna o velikosti blízké největšímu zrně vykazovala přednostní orientaci. U tvářeného materiálu jsou po jedné otáčce zrna velikostí blízké zrně největšímu natočena ve směru  $\langle 01\bar{1}0 \rangle$ . U litého vzorku jsou zrna, velikostí blízká největšímu zrně, orientována ve směru  $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$ . Po pozorování struktury vzorku C1/8 (obr. 6-1) je ovšem možné že pozorovaná zrna u litého materiálu vykazují orientaci podobnou zrně ze kterého vznikla.



Obr 6-1 IPF mapa vzorku C1/8

Vzorky po osmi otáčkách vykazují takzvané B-vlákno typické pro kovy s hexagonální mřížkou zatížené v krutu. B vlákno se odchýlilo od své ideální polohy vlivem tlakového napětí. Chování B-vlákna bylo pozorováno v článku [33].



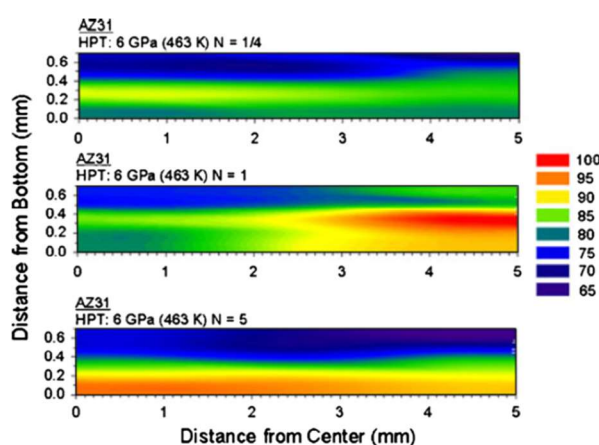
Obr. 6-2 B-vlákno zachycené u vzorku zpracovaného metodou HPT



Měření mikrotvrdomosti je nejzákladnější proces vyhodnocování vlivů metody HPT na mechanickou odezvu vzorku. V této práci je kladen důraz zejména na rozložení mikrotvrdomosti na axiálním řezu vzorku a rozptyl hodnot mikrotvrdomosti na vzorku

Hodnoty mikrotvrdomosti naměřené v tomto jsou v souladu s hodnotami naměřenými v článku [32]. U základních materiálů je rozdíl hodnot 3HV0,2. Velká část studované literatury neudává, při jakém zatížení měření proběhlo.

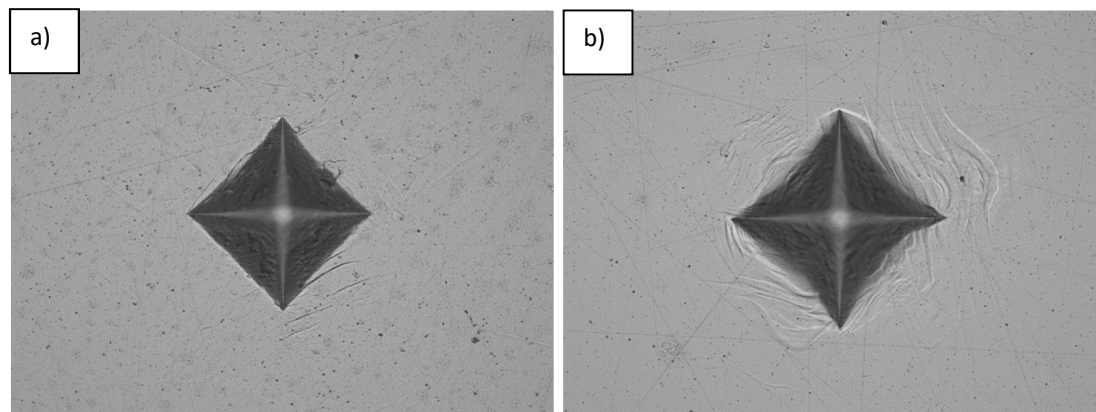
Ve studované literatuře se často klade důraz na průběh mikrotvrdomosti k počtu otáček či vzdálenosti od středu, ale průběh mikrotvrdomosti na axiálním řezu rovinou bývá zpravidla zanedbáván ([28;32;35;36] a další). Již bylo pozorováno že hořík nevykazuje velkou závislost mikrotvrdomosti na těchto dvou faktorech (vzdálenost od středu, počet otáček) proto zde byl zmapován i vliv vzdálenosti od kovadliny na mikrotvrdomosti. Výsledky byly zaneseny do map a ukázalo se že, žádná zjevná závislost se v tomto ohledu nevyskytuje. Jeden ze zvažovaných faktorů vedoucích ke zkoumání vlivu vzdálenosti od kovadliny na mikrotvrdomost byla možnost rozdílného rozložení tlaků ve vzorku, což by vedlo k rozdílné tvrdosti okrajů a středu, jev projevující se u lisování práškových materiálů za studena. Rozdílná mikrotvrdomost vzhledem ke vzdálenosti od kovadliny (na axiální straně vzorku) byla pozorována například u slitiny AZ31 [27]. Tento jev se však neprojevil ani při 1/8 otáčky.



Obr. 6-3 Mapa mikrotvrdomosti na axiálním řezu slitiny AZ31. [27]

Mikrotvrdomost vykazovala prudký nárůst po 1/8 otáčky. Nárůst mikrotvrdomosti byl o  $\sim 14$  HV0,2 u materiálu litého a o  $\sim 11$  HV0,2. Tento nárůst byl téměř saturační. Při dalších otáčkách procesu HPT se průměrná hodnota mikrotvrdomosti držela v jedné hladině. Při 4 a osmi otáčkách již docházelo k poklesu tvrdosti v řádu jednotek HV0,2. Snižování tvrdosti, nekoreluje s literaturou pojednávajíc o čistém hoříku či jeho slitinách [32;35]. Vzhledem ke snižování velikosti zrn, jež bylo potvrzeno z pozorování mikrostruktury, není pokles mikrotvrdomosti způsoben rekrytalizací jako tomu bylo za zvýšených teplot v článku [35].

Při nárůstu otáček procesu projevoval snižování rozptylu naměřených vtisků. Tento jev je v souladu s literárními zdroji [32] i s pozorovanou mikrostrukturou. Na obr. 6-4 je rozdílná odezva vzorku zpracovaného procesem HPT a vzorku litého. U odlitého vzorku se v okolí vtisku nachází značně deformovaná oblast, zatímco vtisk u zpracovaného vzorku má jasné hrany, ale v jejich okolí se vyskytují praskliny.



*Obr. 6-4 Odezva vzorku na měření mikrotvrdosti a) zpracovaný HPT b) základní materiál*

U vzorků zpracovaných metodou HPT proběhla zkouška třibodovým ohybem pro pozorování odezvy zpracovaného materiálu na zatížení a pro zjištění základních mechanických konstant materiálu.

Maximální smluvní mez kluzu se objevila u zpracovaných tvářených i litých vzorků při počtu otáček do 1 otáčky. Tento jev je v souladu s měřením tvrdosti provedeným v této práci. Záznamy (obr. 5-23) ze zkoušky třibodovým ohybem, naznačují větší rychlost odpevňování se zvětšujícím se počtem otáček procesu HPT u tvářeného vzorku.

Vzorky zpracované tvářením (W1/8, W1/4) po 1/8 a 1/4 otáčky procesu HPT na ohybové křivce Portevin–Le Chatelierův. Jedná se o jev způsobený podobnou rychlostí pohybu dislokací a intersticiálních atomů. Vzhledem k pozorované struktuře vzorků, u kterých se tento jev vyskytuje existuje předpoklad, že probíhá ve větších zrnech přítomných v bimodální struktuře, jenž jsou vhodně orientovaná směrem k zatížení. Tento jev se u litého materiálu zpracovaného metodou HPT neobjevil ovšem jak vidíme z grafu (obr. 5-21) u litého materiálu odezva na napětí také vykazuje po 1/8 atypickou závislost. Tento charakter ohybové křivky se drží až do 1/2 otáčky procesu HPT. Vzhledem k vývoji struktury je možné ho připsat bimodálnímu charakteru vyskytujícímu se u vzorků.

## 7. Závěr

V teoretické části byly shrnuty základy problematiky SPD procesů a zejména procesu HPT. Dále byla věnována krátká část teoretické části práškové metalurgii, již je možné vytvořit jemnozrnnou strukturu obdobně jako metodami SPD. Původní záměr bylo zpracování nejen konvenčně připravených materiálů na bázi hořčíku ale i materiálů připravených práškovou metalurgií. Z dosavadní literatury je patrný vliv výroby základního materiálu na vlastnosti materiálu zpracovaného HPT metodou.

Pozorován byl vliv počtu otáček na vlastnosti komerčně čistého hořčíku připraveného konvenčními metodami. Vzorky byly zpracované 1/8, 1/4, 1/2, 1, 4 a 8 otáčkami při pokojové teplotě rychlostí 1 ot/min za současného působení tlaku 6GPa. Byla pozorována struktura a mikrotvrdomost na vertikální hraně vzorku. Dále jsou v práci hodnocena odezva na zatížení zkouškou tříbodovým ohybem.

U litého materiálu došlo po 1/8 otáčky ke zmenšení velikosti zrn z 1330  $\mu\text{m}$  na 2,4 $\mu\text{m}$ . Po osmi otáčkách dosaženo průměrné velikosti zrna 0,7 $\pm$ 0,4 $\mu\text{m}$ . Ve středové oblasti litého materiálu zpracovaného metodou HPT byl naměřen rozptyl velikostí zrn  $\sim 33; 5; 2 \mu\text{m}$  po 1/8; 1; 8 otáček. Rozptyl velikostí zrn nám značí bimodální strukturu ve středové oblasti vzorku po 1/8 otáčky.

U tvářeného materiálu došlo po 1/8 otáčky ke zmenšení velikosti zrn z 19  $\mu\text{m}$  na 2,5  $\mu\text{m}$ . Po osmi otáčkách dosaženo průměrné velikosti zrna 0,8 $\pm$ 0,4 $\mu\text{m}$ . Ve středové oblasti litého materiálu zpracovaného metodou HPT byl naměřen rozptyl velikostí zrn  $\sim 25; 4; 3 \mu\text{m}$  po 1/8; 1; 8 otáček. Rozptyl velikostí zrn nám značí bimodální strukturu ve středové oblasti vzorku po 1/8 otáčky.

Byl pozorován ostrý nárůst mikrotvrdomosti již po 1/8 otáčky a to z 30,3 $\pm$ 3,2 HV0,2 na hodnotu 44,6 $\pm$ 2,5 HV0,2 u odlévaného vzorku a z 33,9 $\pm$ 3,5 HV0,2 na hodnotu 45,4 $\pm$  HV0,2 u vzorku tvářeného. Mikrotvrdomost s dalším nárůstem otáček prokazovala klesající tendenci. Mezi 1/8 otáčky a 8 otáčkami došlo ke snížení průměrné mikrotvrdomosti o přibližně tři jednotky HV0,2 u obou vzorků.

Mikrotvrdomost na axiálním řezu neprojevovala žádný zřejmý trend v závislosti na souřadnicích u žádného z pozorovaných vzorků. S narůstajícím počtem otáček klesá rozptyl naměřených hodnot mikrotvrdomosti.

Oba vzorky vykazují ostrý nárůst (přes 50 MPa) smluvní meze kluzu v ohybu již po 1/8 otáčky. Smluvní mez ohybu litých vzorků se zvyšuje na maximální hodnotu 149MPa při 1/2 otáčky a následně klesá na hodnotu 132 při 8 otáčkách. Zatímco smluvní mez ohybu tvářených vzorků roste do 1/2 otáčky na hodnotu 155MPa a následně klesá na hodnotu 124 při 8 otáčkách.

U tvářeného vzorku byl pozorován Portevin–Le Chatelierův jev při otáčkách procesu HPT do 1/4. Tento jev je u litého vzorku nepřítomen.

## 8. Seznam použitých zkratk

HCP	šesterečná těsně uspořádaná
SPD	intenzivní plastická deformace
UFG	ultrajemnozrný
NSM	nanostrukturní materiál
ECAP	úhlové protlačování
SEM	rastrovací elektronový mikroskop
EBSD	difrakce zpětně odražených elektronů
HPT	torze za vysokého tlaku
CHPT	kontinuální torze za vysokého tlaku
SPS	slinování jiskrovým výbojem
HV1	Tvrdost podle Vickerse při zatížení 1 kg
HV0,1	Tvrdost podle Vickerse při zatížení 0,2 kg
AZ31	hořčíková slitina s 3 hm. % Al a 1 hm. % Zn
AZ91	hořčíková slitina s 9 hm. % Al a 1 hm. % Zn
Mg-4Li-1Ca	hořčíková slitina s 4 hm. % Li a 1 hm. % Ca
SPT	penetrační zkouška
PPM	částic na jeden milion

## 9. Seznam použité literatury

- [1] KIRKLAND, Nicholas a Nick BIRBILIS. Introduction to Magnesium Biomaterials. *Magnesium Biomaterials*. Cham: Springer International Publishing, 2014, , 1-12. SpringerBriefs in Materials. DOI: 10.1007/978-3-319-02123-2\_1. ISBN 978-3-319-02122-5. Dostupné také z: [http://link.springer.com/10.1007/978-3-319-02123-2\\_1](http://link.springer.com/10.1007/978-3-319-02123-2_1)
- [2] SILVA, Cláudio, Ana OLIVEIRA, Cíntia COSTA, Roberto FIGUEIREDO, Maria DE FÁTIMA LEITE, Marivalda PEREIRA, Vanessa LINS a Terence LANGDON. Effect of severe plastic deformation on the biocompatibility and corrosion rate of pure magnesium. *Journal of Materials Science*. 2017, **52**(10), 5992-6003. DOI: 10.1007/s10853-017-0835-x. ISSN 1573-4803. Dostupné také z: <https://doi.org/10.1007/s10853-017-0835-x>
- [3] BAUSER, M., G. SAUER a Klaus SIEGERT. *Extrusion*. 2nd ed. Materials Park: A S M International, 2006. ISBN 9780871708373.
- [4] SONG, Guang-Ling. *Corrosion of magnesium alloys*. 1st ed. Cambridge: Woodhead, 2011, xxiii, 640 s. : il., čb. fot. ISBN 978-1-84569-708-2.
- [5] AVEDESIAN, M. a Hugh BAKER. *ASM Specialty handbook. Magnesium and magnesium alloys*. 1st print. Materials Park: ASM International, 1999, ix, 314 s. : obr., tabulky, grafy. ISBN 0-87170-657-1.
- [6] PARTRIDGE, P.D. The crystallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals. *Metallurgical Reviews*. Taylor & Francis, 1967, **12**(1), 169-194. DOI: 10.1179/mtlr.1967.12.1.169. ISSN 0076-6690. Dostupné také z: <https://doi.org/10.1179/mtlr.1967.12.1.169>
- [7] POLMEAR, Ian. *Light Alloys: From Traditional Alloys to Nanocrystals*. 4. Elsevier Science, 2005. ISBN 0750663715.
- [8] GHALI, Edward. *Corrosion resistance of aluminum and magnesium alloys: understanding, performance, and testing*. Hoboken: Wiley, 2010, xxi, 719 s. : il., čb. fot. ISBN 978-0-471-71576-4.
- [9] SKOUTNICOVÁ, Kateřina a Miroslav KURSA. *Prášková metalurgie: studijní opory*. Ostrava: VŠB-Technická univerzita Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3378-1.
- [10] UPADHYAYA, Gopal. *Powder metallurgy technology*. Cambridge Int Science Publishing, 1997. ISBN ISBN 1 898326 40 1.
- [11] ZHANG, Zhao-Hui, Zhen-Feng LIU, Ji-Fang LU, Xiang-Bo SHEN, Fu-Chi WANG a Yan-Dong WANG. The sintering mechanism in spark plasma sintering – Proof of the occurrence of spark discharge. *Scripta Materialia*. 2014, **81**, 56-59. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.03.011>. ISSN 1359-6462. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359646214001080>

- [12] MAMEDOV, V. Spark plasma sintering as advanced PM sintering method. *Powder Metallurgy*. Taylor & Francis, 2002, **45**(4), 322-328. DOI: 10.1179/003258902225007041. ISSN 0032-5899. Dostupné také z: <https://doi.org/10.1179/003258902225007041>
- [13] SONG, Shi-Xue, Zhi WANG a Guo-Pu SHI. Heating mechanism of spark plasma sintering. *Ceramics International*. 2013, **39**(2), 1393-1396. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.07.080>. ISSN 0272-8842. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884212007146>
- [14] HUANG, Yi a Terence LANGDON. Advances in ultrafine-grained materials. *Materials Today*. 2013, **16**(3), 85-93. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2013.03.004>. ISSN 1369-7021. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1369702113000515>
- [15] ESTRIN, Y. a A. VINOGRADOV. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science. *Acta Materialia* [online]. Elsevier Ltd, 2013, **61**(3), 782-817 [cit. 2018-03-26]. DOI: 10.1016/j.actamat.2012.10.038. ISSN 1359-6454.
- [16] VALIEV, Ruslan, Yuri ESTRIN, Zenji HORITA, Terence LANGDON, Michael ZECHETBAUER a Yuntian ZHU. Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation. *JOM* [online]. New York: Springer-Verlag, 2006, **58**(4), 33-39 [cit. 2018-03-26]. DOI: 10.1007/s11837-006-0213-7. ISSN 1047-4838.
- [17] VALIEV, R.Z., R.K ISLAMGALIEV a I.V ALEXANDROV. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science* [online]. Elsevier Ltd, 2000, **45**(2), 103-189 [cit. 2018-03-26]. DOI: 10.1016/S0079-6425(99)00007-9. ISSN 0079-6425.
- [18] KOCH, Carl. Ductility in Nanostructured and Ultra Fine-Grained Materials: Recent Evidence for Optimism: Recent Evidence for Optimism. *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials*. Trans Tech Publications, 2002, **18**, 9-20. DOI: 10.4028/www.scientific.net/JMNM.18.9. ISSN 2297-6620. Dostupné také z: <https://www.scientific.net/JMNM.18.9>
- [19] VALIEV, Ruslan, Yuri ESTRIN, Zenji HORITA, Terence LANGDON, Michael ZEHETBAUER a Yuntian ZHU. Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation: Ten Years Later: Ten Years Later. *JOM*. 2016, **68**(4), 1216-1226. DOI: 10.1007/s11837-016-1820-6. ISSN 1543-1851. Dostupné také z: <https://doi.org/10.1007/s11837-016-1820-6>
- [20] R.A., Parshikov, Rudskoy A.I., Zolotov A.M. a Oleg TOLOCHKO. *Technological problems of equal channel angular pressing*. 2013, **34**, 26 s.
- [21] STOLYAROV, Vladimir, Y.theodore ZHU, Igor ALEXANDROV, Terry LOWE a Ruslan VALIEV. Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti. *Materials Science & Engineering A* [online]. Elsevier B.V, 2001, **299**(1), 59-67 [cit. 2019-03-16]. DOI: 10.1016/S0921-5093(00)01411-8. ISSN 0921-5093.
- [22] WONGSA-NGAM, Jitraporn, Megumi KAWASAKI a Terence LANGDON. A comparison of microstructures and mechanical properties in a Cu–Zr alloy processed using different SPD techniques. *Journal of Materials Science*. 2013, **48**(13), 4653-4660. DOI: 10.1007/s10853-012-7072-0. ISSN 1573-4803. Dostupné také z: <https://doi.org/10.1007/s10853-012-7072-0>



- [23] EDALATI, Kaveh, Seungwon LEE a Zenji HORITA. Continuous high-pressure torsion using wires. *Journal of Materials Science* [online]. Boston: Springer US, 2012, **47**(1), 473-478 [cit. 2019-03-16]. DOI: 10.1007/s10853-011-5822-z. ISSN 0022-2461.
- [24] BRIDGMAN, P.W. Effects of high shearing stress combined with high hydrostatic pressure. *Physical Review* [online]. 1935, **48**(10), 825-847 [cit. 2018-06-11]. DOI: 10.1103/PhysRev.48.825. ISSN 0031899X.
- [25] BRIDGMAN, P.W. On torsion combined with compression. *Journal of Applied Physics* [online]. 1943, **14**(6), 273-283 [cit. 2018-06-11]. DOI: 10.1063/1.1714987. ISSN 00218979.
- [26] BRIDGMAN, P.W. The effect of hydrostatic pressure on plastic flow under shearing stress. *Journal of Applied Physics* [online]. 1946, **17**(8), 692-698 [cit. 2018-06-11]. DOI: 10.1063/1.1707772. ISSN 00218979.
- [27] LANGDON, Terence. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement: Achieving exceptional properties through grain refinement. *Acta Materialia*. 2013, **61**(19), 7035-7059. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.08.018>. ISSN 1359-6454. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645413006149>
- [28] ZHILYAEV, Alexander a Terence LANGDON. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications: Fundamentals and applications. *Progress in Materials Science*. 2008, **53**(6), 893-979. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002>. ISSN 0079-6425. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S007964250800025X>
- [29] ROGACHEV, S., A. ROZHNOV, S. NIKULIN, O. RYBAL'CHENKO, M. GORSHENKOV, V. CHZHEN a S. DOBATKIN. Effect of torsion conditions under high pressure on the structure and strengthening of the Zr–1% Nb alloy. *The Physics of Metals and Metallography*. 2016, **117**(4), 371-377. DOI: 10.1134/S0031918X16040104. ISSN 1555-6190. Dostupné také z: <https://doi.org/10.1134/S0031918X16040104>
- [30] STRÁSKÁ, Jitka, Miloš JANEČEK, Jenő GUBICZA, Tomáš KRAJŇÁK, Eun YOON a Hyoung KIM. Evolution of microstructure and hardness in AZ31 alloy processed by high pressure torsion. *Materials Science & Engineering A* [online]. Elsevier B.V, 2015, **625**(), 98-106 [cit. 2018-11-15]. DOI: 10.1016/j.msea.2014.12.005. ISSN 0921-5093.
- [31] LEE, Han-Joo, Sang LEE, Ki JUNG, Geun LEE, Byungmin AHN, Megumi KAWASAKI a Terence LANGDON. Evolution in hardness and texture of a ZK60A magnesium alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science & Engineering A* [online]. Elsevier B.V, 2015, **630**, 90-98 [cit. 2018-11-15]. DOI: 10.1016/j.msea.2015.02.011. ISSN 0921-5093.
- [32] QIAO, Xiao, Ya ZHAO, Wei GAN, Ying CHEN, Ming ZHENG, Kun WU, Nong GAO a Marco STARINK. Hardening mechanism of commercially pure Mg processed by high pressure torsion at room temperature. *Materials Science & Engineering A* [online]. Elsevier B.V, 2014, **619**, 95-106 [cit. 2018-02-01]. DOI: 10.1016/j.msea.2014.09.068. ISSN 0921-5093.
- [33] BONARSKI, B., E. SCHAFER, B. MINGLER, W. SKROTZKI, B. MIKULOWSKI a M. ZEHETBAUER. Texture evolution of Mg during high-pressure torsion. *Journal of Materials Science* [online].



- Boston: Springer US, 2008, **43**(23), 7513-7518 [cit. 2018-02-10]. DOI: 10.1007/s10853-008-2794-8. ISSN 0022-2461.
- [34] KAWASAKI, M. Different models of hardness evolution in ultrafine-grained materials processed by high-pressure torsion. *Journal Of Materials Science* [online]. SPRINGER, 2014, **49**(1), 18-34 [cit. 2019-03-09]. DOI: 10.1007/s10853-013-7687-9. ISSN 0022-2461.
- [35] HUANG, Yi, Roberto FIGUEIREDO, Thierry BAUDIN, Anne-Laure HELBERT, François BRISSET a Terence LANGDON. Effect of temperature on the processing of a magnesium alloy by high-pressure torsion. *Journal of Materials Science*. 2012, **47**(22), 7796-7806. DOI: 10.1007/s10853-012-6578-9. ISSN 0022-2461. Dostupné také z: <http://link.springer.com/10.1007/s10853-012-6578-9>
- [36] MALHEIROS, Livia, Roberto FIGUEIREDO a Terence LANGDON. Processing Different Magnesium Alloys through HPT. *Materials Science Forum* [online]. Trans Tech Publications, 2014, **783**, 2617-2622 [cit. 2019-02-22]. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.783-786.2617. ISSN 0255-5476.
- [37] SERRE, Pauline, Roberto FIGUEIREDO, Nong GAO a Terence LANGDON. Influence of strain rate on the characteristics of a magnesium alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science & Engineering A* [online]. Elsevier B.V, 2011, **528**(10), 3601-3608 [cit. 2019-03-16]. DOI: 10.1016/j.msea.2011.01.066. ISSN 0921-5093.
- [38] HUANG, Yi, Roberto FIGUEIREDO, Thierry BAUDIN, Anne-Laure HELBERT, François BRISSET a Terence LANGDON. Effect of temperature on the processing of a magnesium alloy by high-pressure torsion. *Journal of Materials Science*. 2012, **47**(22), 7796-7806. DOI: 10.1007/s10853-012-6578-9. ISSN 1573-4803. Dostupné také z: <https://doi.org/10.1007/s10853-012-6578-9>
- [39] SABBAGHIANRAD, Shima, Seyed TORBATI-SARRAF a Terence LANGDON. An investigation of the limits of grain refinement after processing by a combination of severe plastic deformation techniques: A comparison of Al and Mg alloys: A comparison of Al and Mg alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 2018, **712**, 373-379. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.090>. ISSN 0921-5093. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509317315502>

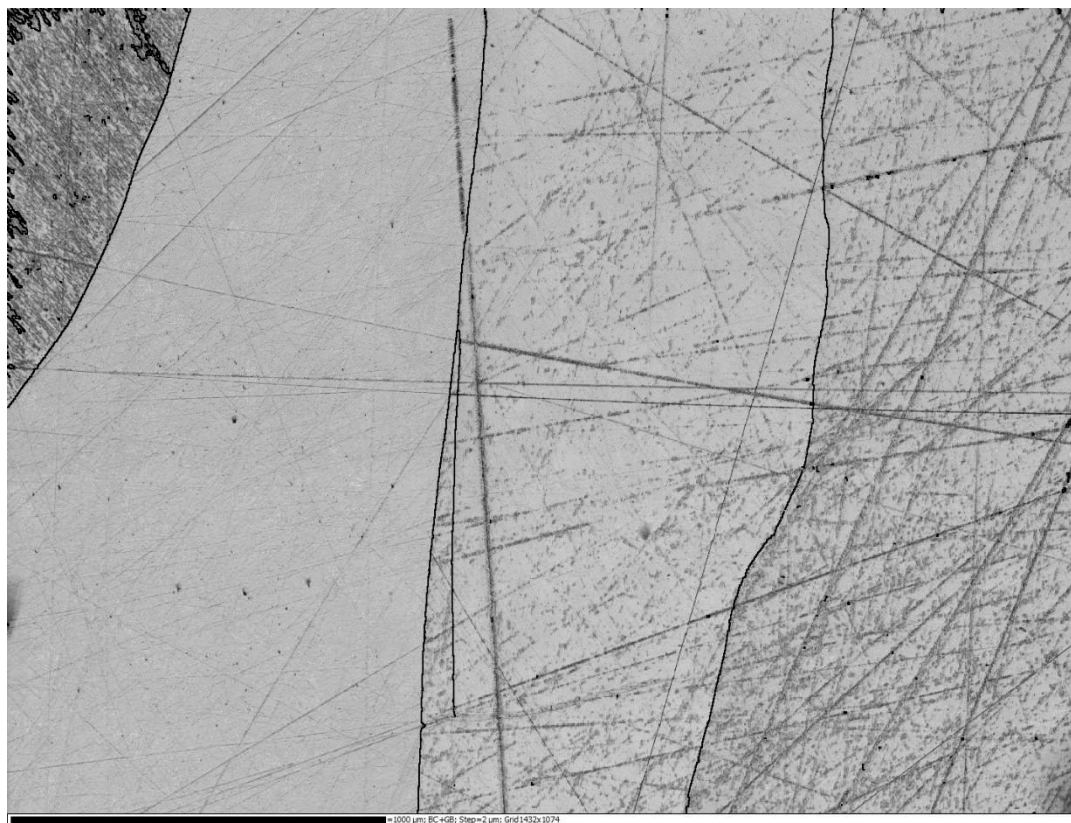
## 10. Seznam Příloh

### Příloha 1

Mikrostruktura vzorků zpracovaných metodou HPT, pozorovaná pomocí EBSD.....1

**Příloha 1**

Mikrostruktura vzorků zpracovaných metodou HPT,  
pozorovaná pomocí EBSD

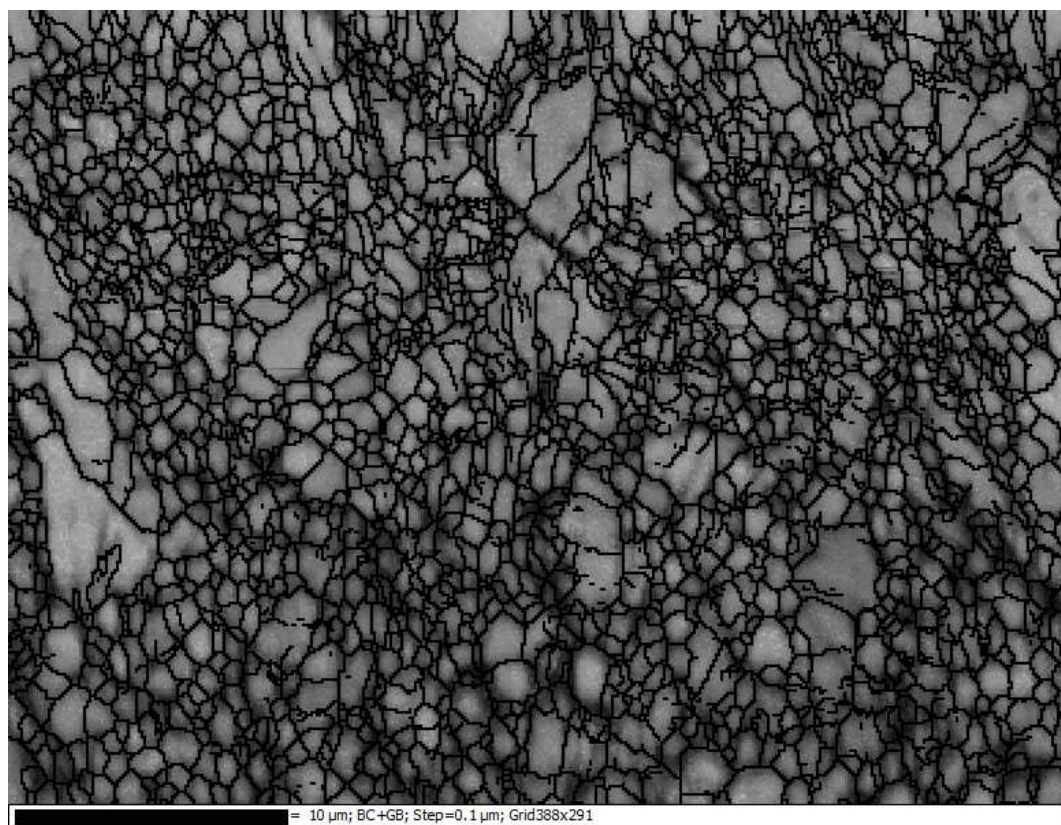


Obr. P1.1 mikrostruktura vzorku C0, střed

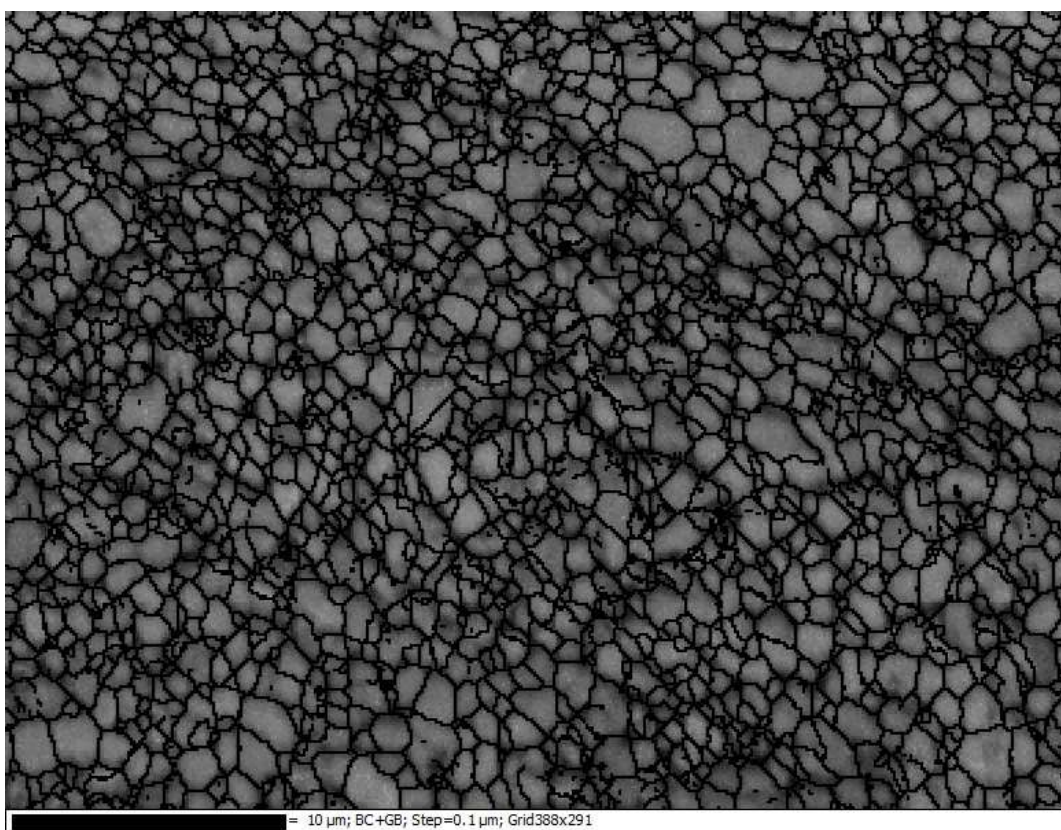


Obr. P1.2 mikrostruktura vzorku C1/8, střed



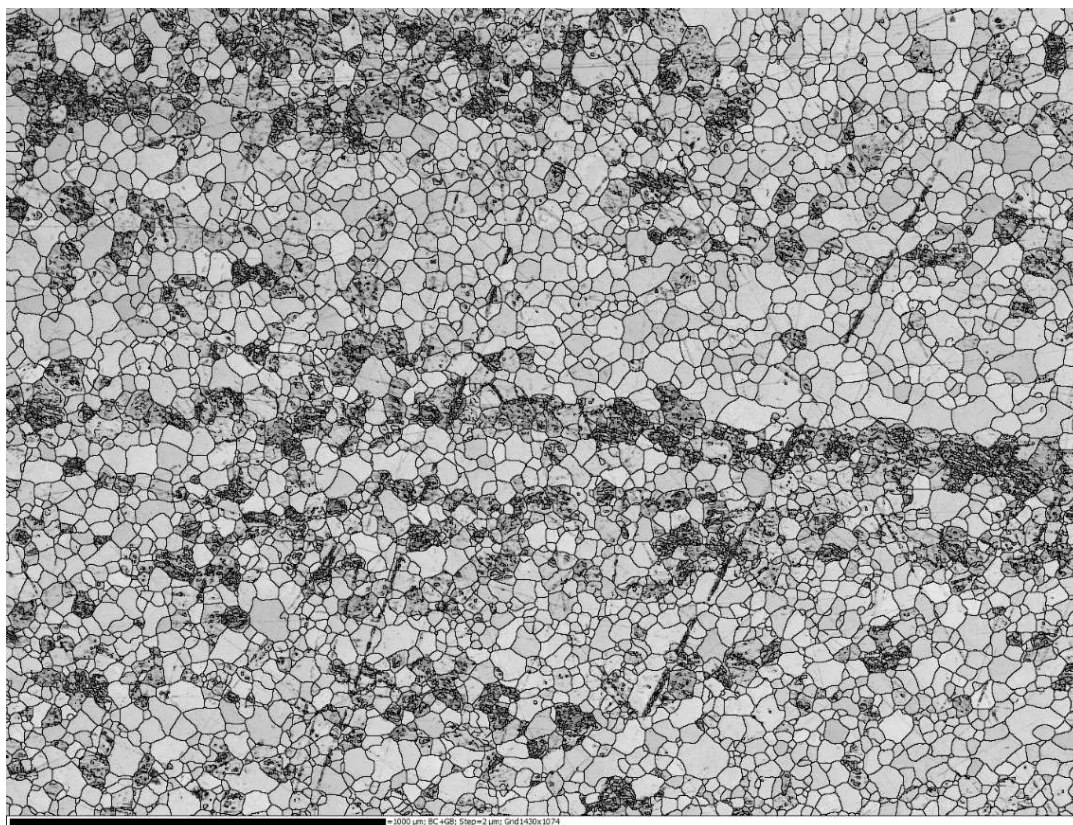


Obr. P1.3 mikrostruktura vzorku C1, střed

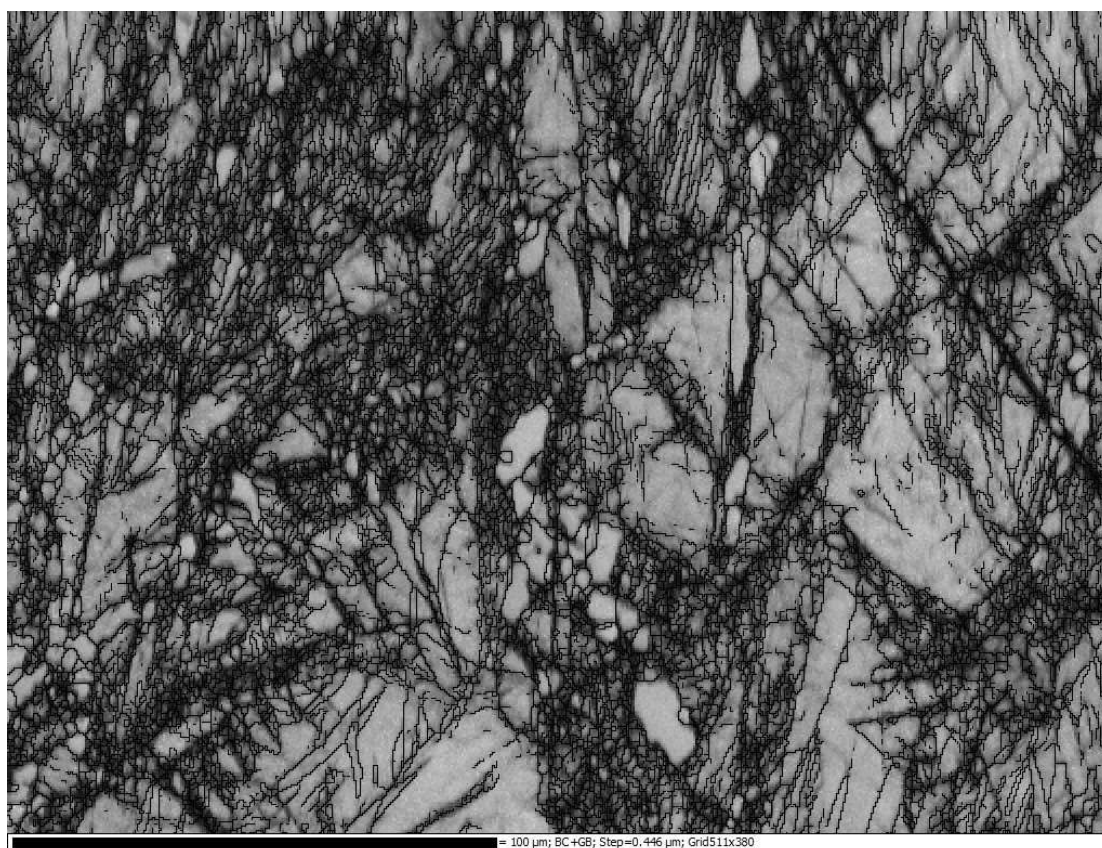


Obr. P1.4 mikrostruktura vzorku C8, střed



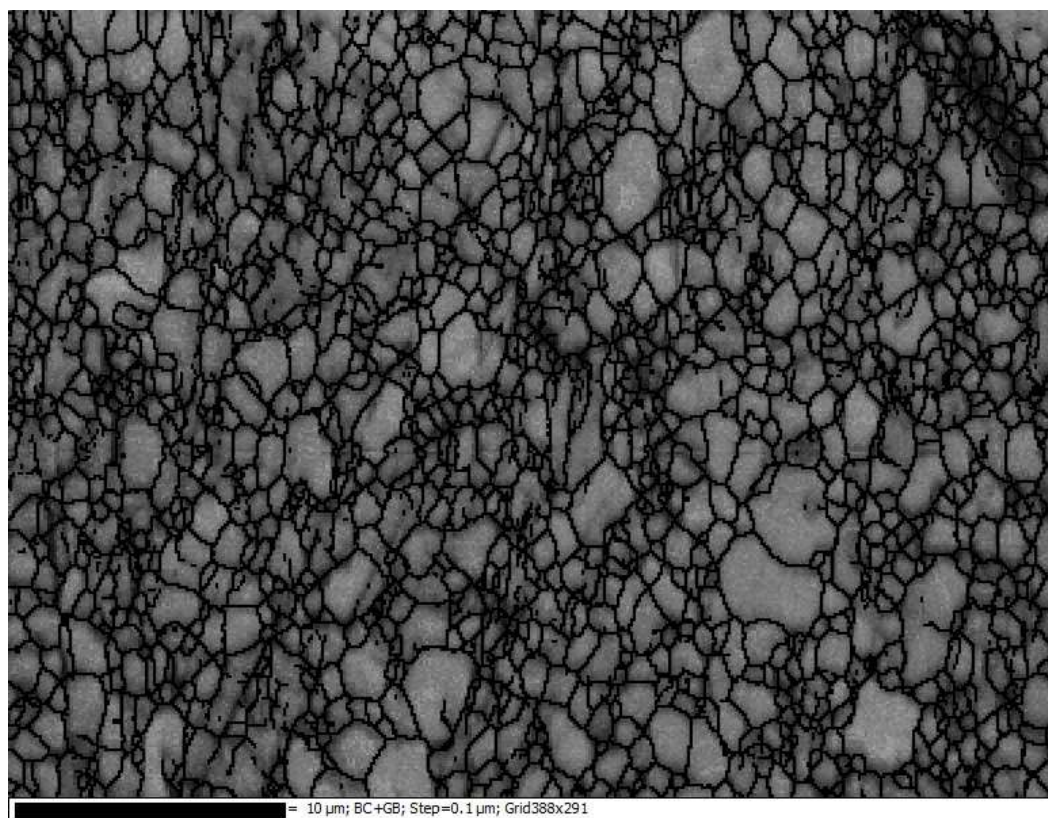


Obr. P1.5 mikrostruktura vzorku W0, střed

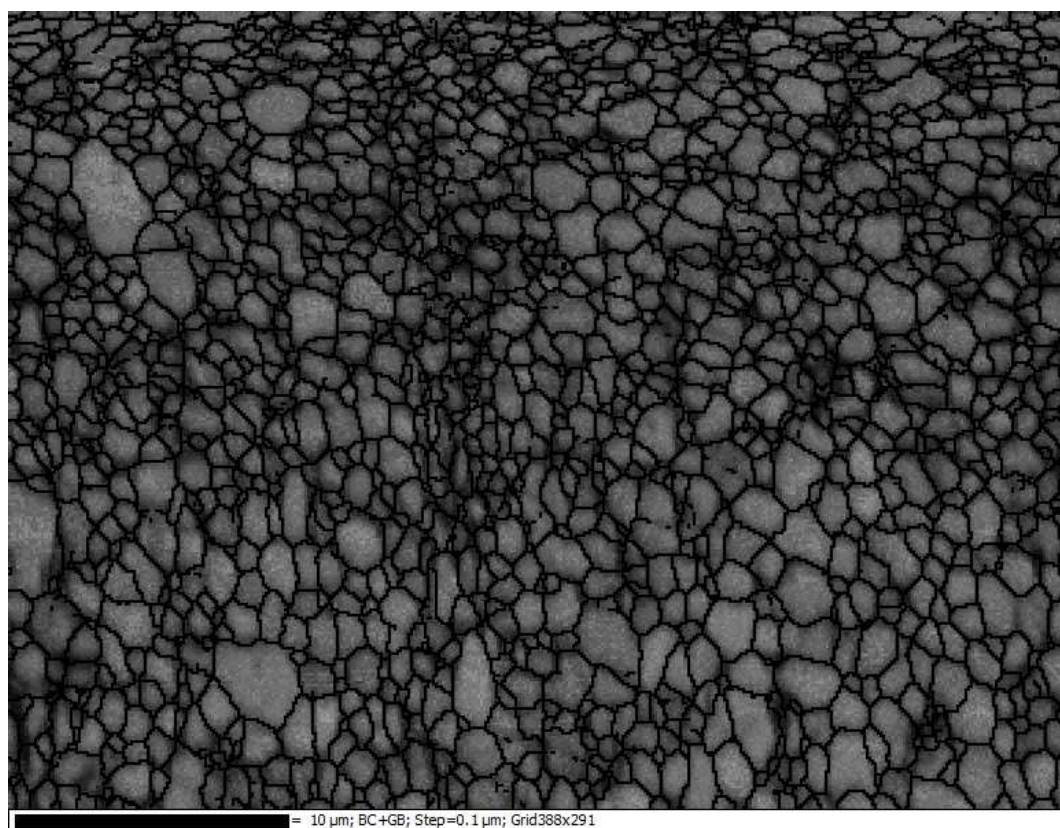


Obr. P1.6 mikrostruktura vzorku W1/8, střed





Obr. P1.7 mikrostruktura vzorku W1, střed



Obr. P1.8 mikrostruktura vzorku W8, střed